

DESOBRY Thomas  
DIVIEZ Lucie  
MARTINEZ Jose  
EL HADIG Mohammed  
DE MEDTS Geoffrey



## **Rapport Atelier de Transfert et d'Innovation (ATI) Projet ATI 3 : Europoudrage**

**« Caractérisation de pièces métalliques à différentes  
étapes du procédé de mise en peinture par poudrage »**

Année universitaire : 2015-2016

Tuteur projet :

Mme Delphine VEYS-RENAUX

Tuteur industriel :

Mr Jean-Pierre CAQUEL

# **REMERCIEMENTS**

Ce sujet est né grâce à la société Europoudrage car c'est elle qui a posé la problématique de ce dossier scientifique.

Nous remercions tout d'abord Monsieur Jean-Pierre Caquel et Madame Martine Sanches, dirigeants de la société Europoudrage et tuteurs industriels de ce projet, pour nous avoir guidés et suivis durant toute la durée du projet.

Tous nos remerciements vont également à notre tutrice au sein de l'EEIGM, Madame Delphine Veys-Renaux, pour ses connaissances d'experte, et pour nous avoir accompagnés et soutenus tout au long de l'année universitaire.

Enfin, merci aux entreprises COLIBRU et CETAL d'avoir consacré un peu de leur temps pour répondre à nos questions sur la problématique du sujet et nous permettre de visiter leurs entreprises dans l'optique de mieux cibler les causes du problème de bullage grâce à leurs travaux effectués sur nos échantillons.

## Table des matières

Introduction Générale .....	4
Résumé .....	5
Abstract .....	6
Resumen .....	7
I. Problématique .....	8
1. Procédé actuel de mise en peinture poudre .....	8
2. Phénomène de bullage .....	9
3. Etapes de traitement de surface .....	10
4. Etape de procédé clef .....	11
II. Contexte du projet .....	12
1. Présentation de l'entreprise Europoudrage .....	12
2. Présentation de l'équipe .....	13
3. Passation du projet de l'année 2014-2015 au projet de l'année 2015-2016 .....	14
III. Présentation des entreprises ainsi que des échantillons d'aluminium étudiés .....	15
1. Les alliages d'aluminium (entreprises CETAL et COLIBRU) .....	15
1.1 Echantillon d'alliage d'aluminium de la série 5000 profilé, entreprise CETAL .....	16
1.2 Echantillon d'alliage d'aluminium de la série 21000 de fonderie, COLIBRU .....	18
2. Préparation des échantillons de chez CETAL pour la caractérisation au MEB .....	20
IV. Etude et caractérisation au SCMEM à la faculté des Sciences et techniques de Vandœuvre-lès-Nancy au MEB .....	22
1. Matrice .....	22
2. Traitement de surface .....	24
3. Etuvage et laquage des échantillons de l'entreprise Cétal .....	27
4. Performance des agents anti-bulle des peintures .....	29
VI. Conclusion .....	34
VII. Gestion de projet .....	35
Répertoire des figures et tableaux .....	37

## Introduction Générale

De nos jours, l'aspect esthétique est d'une importance primordiale dans la qualité du produit. La mise en peinture est une étape très importante pour obtenir un produit final dont l'aspect visuel est le plus agréable possible. La mise en peinture permet également une protection anticorrosion du substrat, qui fait partie intégrante du procédé de fabrication. L'utilisation de la peinture poudre est une technique en plein essor dans le milieu industriel car elle permet d'obtenir de bonnes qualités esthétiques associées à une protection contre la corrosion. De plus, elle engendre un faible coût d'utilisation et n'utilise aucun solvant. Son caractère non polluant est un atout dans une époque où l'accent est porté sur l'environnement et l'écologie.

En collaboration avec l'Université de Lorraine, la société Europoudrage a proposé un sujet de recherche sur un problème qui survient lors du processus de mise en peinture poudre. Le sujet a été confié à l'EEIGM pour être une problématique de projet « Atelier Transfert et Innovation » réalisée par des élèves de troisième année. C'est sous la tutelle de Mme Delphine Veys-Renaux, maître de conférences à l'Université de Lorraine que les étudiants ont cherché des réponses à la problématique. Lors de la cuisson des peintures poudres, sur certains matériaux et à certaines températures, des bulles se forment. Pour pallier ce problème, une solution permettant de le limiter est d'effectuer une étape d'étuvage, c'est-à-dire de préchauffage, qui permet de dégazer le substrat avant l'application de la peinture poudre. Le souci majeur de cette étape est qu'il est très énergivore et coûte très cher d'un point de vue financier.

L'enjeu de ce projet est double. Dans un premier temps, il est important de déterminer quelle est l'origine de ce phénomène et quelles sont les solutions à apporter. L'étape d'étuvage est-elle réellement indispensable ? Existe-t-il un moyen moins coûteux pour éviter l'apparition du bullage sur les pièces peintes ?

Pour essayer de répondre à cette problématique, une caractérisation au microscope optique et au MEB de deux types d'alliages d'aluminium a été réalisée pour comprendre et analyser les différentes étapes du procédé de mise en peinture. Une collaboration forte avec des entreprises a permis de renforcer les hypothèses dégagées. Par la suite, la possibilité de récupérer des échantillons et d'étudier la composition de différents types de peintures poudres pourrait permettre d'étudier le problème dans sa globalité.

## Résumé

Notre projet Métiers de 3ème année s'inscrit dans le cadre des projets Ateliers Transfert Innovation (ATI). Notre sujet résulte de la demande d'un industriel et son intitulé a été défini suite à la rencontre de Monsieur Jean-Pierre Caquel, directeur de la société Europoudrage et Madame Delphine Veys-Renaux, maître de Conférences à l'Université de Lorraine. Le but de ce projet, pour nous étudiants, était de traiter la problématique du bullage lors de la cuisson des peintures poudres. Notre problématique concerne le phénomène de dégazage qui survient principalement lors de la cuisson des peintures poudre après application sur les pièces. Notre but a été de déterminer si l'étape d'étuvage est indispensable et quelle seraient les moyens possibles pour l'éviter car elle est très onéreuse. L'objectif est également de déterminer l'impact du substrat sur l'apparition du phénomène de bullage et d'établir des solutions pour le minimiser voire même l'éliminer. La caractérisation d'alliages d'aluminium a permis d'analyser les potentielles causes de l'apparition du phénomène de bullage.

Nous avons dans un premier temps pris contact avec différentes entreprises et préparé une liste des échantillons que nous souhaitions obtenir. Nous avons déterminé les différentes étapes du procédé que chaque échantillon devait subir. Ce choix a pu se faire principalement à l'aide des recherches bibliographiques effectuées par le groupe ATI de l'année dernière (2014-15) qui a réussi à déterminer l'influence des différentes étapes du procédé de mise en peinture sur l'apparition du bullage. Notre projet est également né en partie grâce à eux car ils ont déterminé que le substrat jouait un rôle important dans l'apparition du phénomène de bullage.

Une fois les échantillons traités par les entreprises collaboratrices au projet, nous avons eu la chance de pouvoir étudier ceux-ci à l'aide d'un microscope optique et surtout un Microscope Electronique à Balayage fonctionnant à très faible tension (jusque 1kV), ce qui a permis de voir l'extrême surface de nos échantillons et d'analyser l'interface peinture-substrat de manière très fine. Pour cela, une préparation antérieure de nos échantillons était nécessaire. Nous avons donc découpé, mis en résine et poli les échantillons d'étude avant de les étudier au MEB.

Nous avons également pu visiter les entreprises et visualiser à échelle réelle les lignes de production d'application de la peinture en poudre. L'échange avec les entreprises a permis de confirmer certaines hypothèses et également de proposer de nouvelles pistes. Malheureusement, nous n'avons pu étudier tous les types de métaux et cette étude sera portée exclusivement sur l'aluminium. Nous aurions bien aimé pouvoir effectuer des comparaisons entre deux types de métaux car d'après le retour que nous avons eu des entreprises, les métaux ferreux sont plus sujets à l'apparition du phénomène de bullage. Cela aurait été l'occasion de pouvoir affirmer que cela est vrai, ainsi que de déterminer pourquoi ce type de substrat est plus sujet au bullage.

## Abstract

Our 3rd year's project is part of the ATI projects. The subject of this study has its origin in a businessman request and its title has been defined after a meeting with businessman, Mr. Jean-Pierre Caquel, director of the company Europoudrage and Ms. Delphine Veys-Renaux professor assistant at Lorraine University. The goal of this project has been to address the phenomenon of bubbling, during the powder paint baking. This dilemma concerns the phenomenon of the evacuation of gases trapped in the piece's surface. This occurs mainly during the powder paint baking after it has been applied to the pieces. Our objective is to find out if the drying stage is essential to avoid bubble forming. If we could avoid it, the cost would be reduced. Another objective of this project has been to determine the impact that the different base materials have on the bubbling phenomenon. Moreover, it has been to establish solutions for minimize this phenomenon or even to completely remove it. The characterization of the aluminum samples has allowed to analyze the potential causes of the phenomenon at issue.

At the beginnings of the project we took contact with some companies and a list with the desired samples was made, specifying its stages in the process. This choice was possible thanks to the research made by the ATI group from last year (2014-2015). They achieved to establish the influence of the different stages of the painting process in the bubbling phenomenon. Our project was born, in part, thanks to them, who succeeded to determine the important role that plays the different kinds of base material in the bubbling.

After the samples were recovered, they were studied with an optic microscope as well as with a scanning electron microscope working at low tension (until 1kV), which has allowed us to observe the most superficial layer from the samples, where the surface treatment accumulates and also a bit of the matrix. It has also allowed us to analyze the interface paint-substrate with large resolution. To do all that, the samples have been duly prepared.

Likewise, we have got the chance of visiting the companies who we have been working with for the last months, and see at real scale the production and paint application lines. The exchanges with the companies have granted the possibility of confirming some hypothesis as well as propose new ones. Unfortunately, it has not been possible to study all the different sorts of base materials that were initially contemplated. Consequently, this project focuses in the non-ferrous metal, in particular the aluminum. Making comparisons between the different substrates would have been desirable. According to the companies, the ferrous metal is more prone to the phenomenon, and this would have been a great occasion to verify the aforesaid information as well as its causes.

## Resumen

El proyecto de 3er año que hemos realizado está inscrito dentro del grupo de proyectos ATI. El sujeto de nuestro estudio tiene como origen una petición por parte de un empresario y su título ha sido definido tras una reunión con Monsieur Jean-Pierre Caquel, director de la empresa Europoudrage y Madame Delphine Veys-Renaux, responsable de conferencias de la Universidad de Lorraine. El objetivo de este proyecto ha sido tratar la problemática de burbuja durante la cocción de pinturas en polvo. Esta problemática concierne al fenómeno de la migración de gases atrapados en el sustrato y/o en el polvo hacia la superficie que ocurre principalmente durante la cocción de las pinturas en polvo después de ser aplicadas sobre las piezas. Nuestro objetivo ha sido identificar si una de las etapas del proceso, la etapa de secado, es indispensable y, en caso de no ser necesaria, por qué medios podría evitarse debido a su elevado coste. Otro de los objetivos de este proyecto ha sido el de determinar el impacto que tiene el tipo de sustrato sobre el fenómeno de burbuja y establecer soluciones para minimizarlo o incluso eliminarlo. La caracterización de muestras no ferrosas ha permitido analizar las causas potenciales de la aparición de este fenómeno.

En los inicios del proyecto nos pusimos en contacto con diversas empresas y preparamos una lista de muestras que deseábamos obtener, especificando en que etapas del proceso las queríamos. Esta elección fue posible principalmente gracias a la búsqueda de información realizada por el grupo ATI del año anterior (2014-2015) que consiguieron determinar la influencia de las diferentes etapas del proceso de aplicación de la pintura sobre el fenómeno de burbuja. Nuestro proyecto ha nacido en parte gracias a ellos, ya que fueron ellos quien determinaron el importante rol que juega el tipo de sustrato en la aparición de dicho fenómeno.

Tras haber recuperado las muestras ya tratadas, hemos tenido la oportunidad de estudiarlas con la ayuda de un microscopio óptico, así como con un microscopio electrónico de barrido funcionando a muy baja tensión (hasta 1kV), lo que nos ha permitido de observar la capa más superficial de la muestra, donde el tratamiento superficial se acumula, y de analizar la interfaz pintura-sustrato con una gran resolución. Para ello, las muestras han sido debidamente preparadas. Han sido pues, talladas, puestas en resina y posteriormente pulidas hasta obtener una superficie especular perfecta.

Asimismo, hemos tenido la ocasión de visitar las empresas con las que hemos trabajado y ver a escala real las líneas de producción y de aplicación de pintura en polvo. El intercambio con las empresas ha permitido confirmar ciertas hipótesis, así como proponer otras nuevas. Desafortunadamente no ha sido posible estudiar todos los tipos de metales inicialmente contemplados en el estudio. En consecuencia, este proyecto se centrará en los metales no ferrosos, concretamente el aluminio. Poder haber hecho comparaciones entre los diferentes tipos de sustratos hubiera sido deseable. Según las empresas, los metales ferrosos son más propensos al fenómeno de burbuja, y ésta hubiera sido la ocasión de poder verificar dicha información, al mismo tiempo que sus causas.

# I. Problématique

## 1. Procédé actuel de mise en peinture poudre

Le procédé ci-dessous est le procédé général de mise en peinture poudre d'un matériau. Les différentes étapes de ce processus sont indispensables. Cependant, les différentes entreprises travaillant dans ce domaine respectent ce schéma mais suivent différents procédés en changeant par exemple les températures et les durées de chacune des étapes en fonctions de leurs besoins.

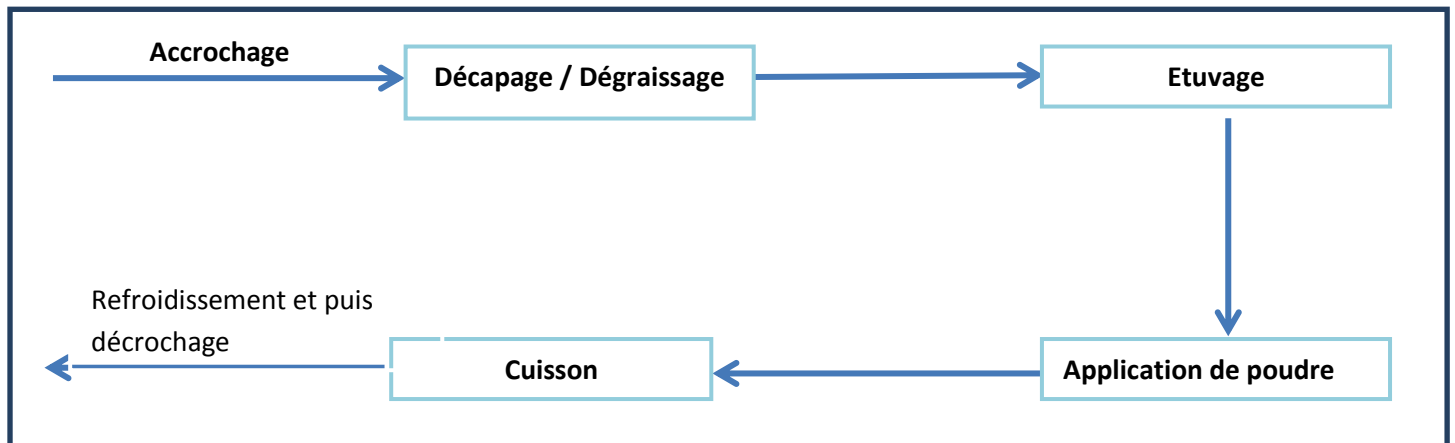


Figure 1 : Procédé de mise en peinture

Suite à l'accrochage des pièces, celles-ci vont subir dans un premier temps un dégraissage et un décapage. Ces étapes consistent à éliminer toutes les impuretés présentes au niveau de la surface. Les pièces subissent parfois un traitement de surface mécanique en premier lieu pour réduire la rugosité de la surface et enlever la couche d'oxydation.

Ensuite vient le traitement de surface chimique qui a pour objectif d'éliminer ce qui reste de matière oxydée et également pour supprimer la présence de graisses qui peut nuire à l'accroche de la peinture. De plus, un inhibiteur de corrosion est parfois ajouté au traitement de surface et une conversion chimique de la surface est effectuée afin de la passiver.

L'étape qui suit le traitement chimique est l'étape d'étuvage. Les pièces sont alors chauffées à une température élevée qui diffère d'une entreprise à l'autre. Cette étape sert principalement à sécher des produits provenant des bains de traitement chimique, mais également à éliminer les bulles de gaz présentes à l'intérieur de la matière.

Par la suite, on applique la peinture poudre à l'aide de pistolet manuel ou automatique sur la pièce, qui s'accroche par effet électrostatique.

Enfin l'étape qui intervient avant le décrochage des pièces est la cuisson. Lors de cette étape les pièces sont acheminées vers un four où elles sont cuites à haute température. La cuisson a pour but de polymériser la peinture poudre et c'est au niveau de cette étape que le phénomène de bullage apparaît. En effet, le gaz emprisonné à l'intérieur de la matière monte en surface sous l'effet de la chaleur, créant des bulles sous la peinture polymérisée ou en surface ce qui donne un aspect non souhaité à la surface du matériau.



## 2. Phénomène de bullage

Le bullage est un phénomène rencontré souvent lors de la cuisson de la peinture en poudre suite à son application sur le matériau. En fait, le bullage correspond à l'apparition de bulles et de trous sur les surfaces extérieures de la pièce revêtue de peinture. Ce phénomène est principalement dû à la migration de gaz présents dans le substrat avant la mise en peinture et l'emprisonnement de gaz entre la peinture et le substrat lors de l'application de la peinture, vers la surface de la pièce. La difficulté majeure que présente ce phénomène est qu'il ne peut pas être contrôlé préalablement sans prendre certaines mesures puisqu'il se manifeste d'une façon aléatoire et brusque.



*Figure 2 : Phénomène de bullage*

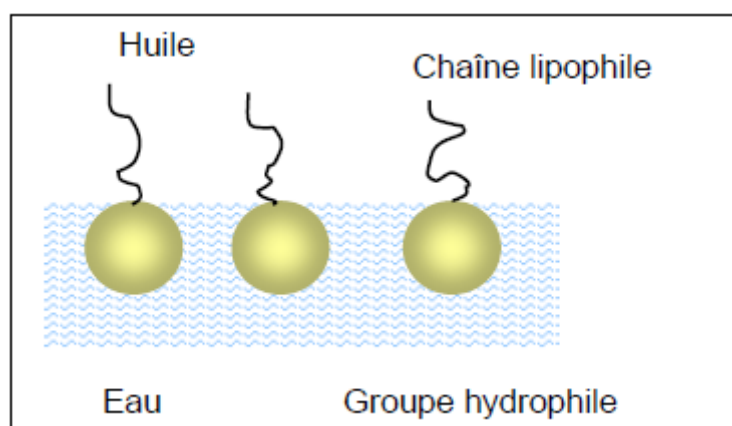
Le phénomène de bullage présente un grand problème au niveau de l'esthétique de la pièce. En effet, les clients exigent naturellement un état de surface parfait. En conséquence, les pièces qui exhibent la moindre bulle sont renvoyées immédiatement. De plus, le problème de bullage ne s'arrête pas seulement au niveau visuel, mais engendre également des problèmes de dégradation de la matière puisque les trous dus à l'éclatement des bulles laissent le substrat susceptible à la corrosion. De ce fait, même les pièces dont le visuel n'est pas essentiel souffrent du phénomène de bullage.

### 3. Etapes de traitement de surface

Avant d'appliquer la peinture poudre sur une pièce, celle-ci subit au préalable un traitement de surface suivi d'un étuvage. Le traitement de surface, et surtout l'étuvage, jouent un rôle très important dans l'apparition du phénomène de bullage. Cet aspect sera détaillé dans la caractérisation au microscope électronique à balayage.

Le traitement de surface se décompose en trois parties principales : le dégraissage, le décapage alcalin et acide, et enfin la conversion chimique (avec ou sans chrome III, le chrome VI étant maintenant interdit en Europe).

#### **Dégraissage :**



*Figure 3 : Effet du bain de dégraissage sur les huiles*

Cette étape consiste à éliminer les salissures (huiles, graisses, poussières, lubrifiants, ...) que l'échantillon présente lors de son arrivée sur la ligne de traitement. L'étape de dégraissage permet d'obtenir une bonne mouillabilité de la surface et donc de permettre une meilleure efficacité du traitement effectué ultérieurement. Cette étape permet également d'assurer une résistance à la corrosion temporaire. Un bain de dégraissage peut contenir de la soude, de la potasse, des silicates, des borates, des phosphates et autres complexants.

Durant la première étape de dégraissage, quelques additifs sont ajoutés dans les bains pour éviter de maintenir les métaux lourds nuisibles en solution.

#### **Décapage alcalin et acide :**

Cette étape permet d'éliminer les oxydes présents en surface et également d'activer la surface. Ces étapes sont presque toujours nécessaires dans le cas du zinc et de l'aluminium. Le décapage a une influence directe sur la résistance à la corrosion et l'adhérence des peintures sur l'alliage. La surface des substrats d'aluminium doit être décapée afin d'améliorer l'adhérence (très utile pour l'application de peintures poudres ultérieure) et la résistance à la corrosion.

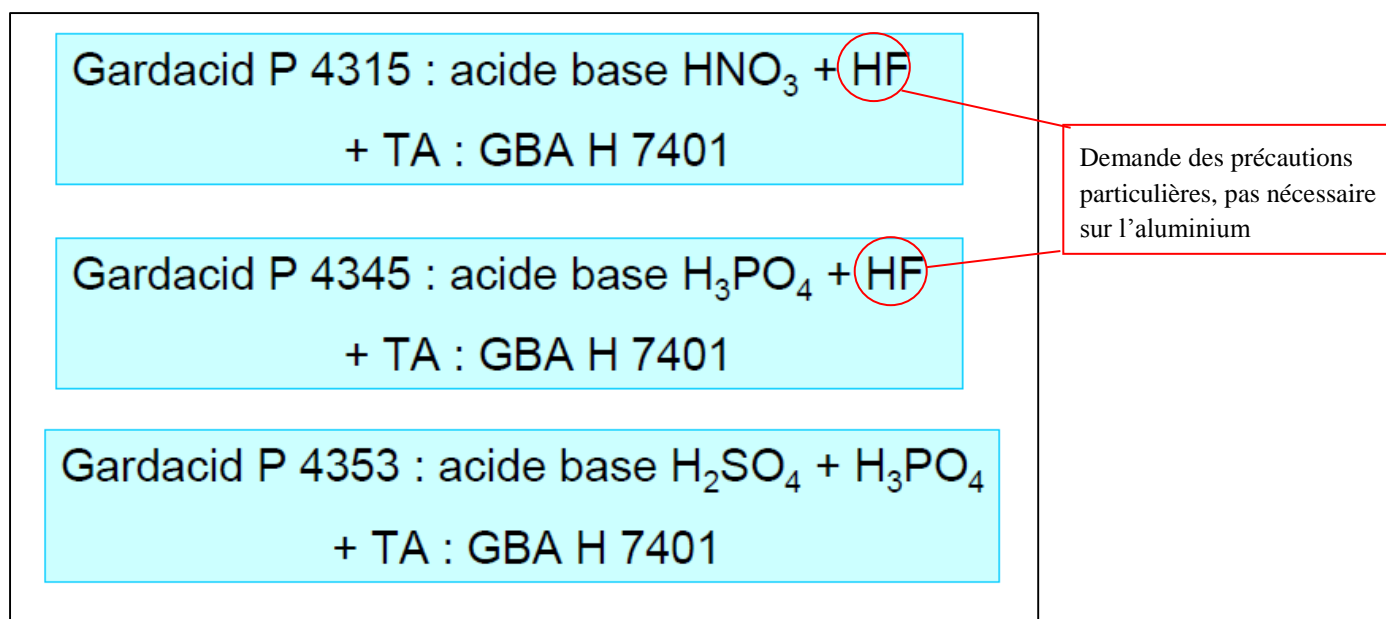


Figure 4 : Exemple de produits de décapage

### Conversion chimique :

Cette étape permet entre autre d'obtenir une résistance à la corrosion sur l'aluminium. Cependant l'utilisation de bains comme ceux-ci présentent quelques désavantages comme leur toxicité ou encore le coût relatif aux traitements des eaux.

Il faut bien noter que le traitement de surface est une étape très importante, les bains sont vérifiés fréquemment puisqu'ils sont attaqués par les acides. Ainsi le contrôle du pH et des proportions en aluminium et en zinc des bains est régulier.

## 4. Etape de procédé clef

Comme cité dans la description du procédé de mise en peinture poudre, le but de l'étuvage n'est pas seulement de sécher les pièces, mais également d'éliminer le gaz présent dans la pièce puisque l'augmentation de la température à l'étape de cuisson permet de sortir le gaz piégé à l'intérieur du substrat par évaporation. En évacuant le gaz présent dans la pièce de cette façon, cela permet de réduire le phénomène de dégazage qui s'effectue lors de la cuisson de la peinture et qui donne naissance au phénomène de bullage.

Jusqu'ici le problème de bullage semble simple à résoudre grâce à l'étuvage, mais cette étape du procédé présente quelques contraintes. En effet, comme elle nécessite énormément d'énergie, cela ne respecte pas les normes écologiques et de plus, l'étuvage induit de lourdes contraintes financières.

Le projet proposé cette année repose sur cette problématique d'étape d'étuvage. L'objectif est donc de déterminer si l'étuvage est indispensable ou non pour l'application de peinture poudre et dans le cas où il ne serait pas indispensable, comment il pourrait être évité à moindre coût, tout en conservant une bonne qualité de leurs produits

## II. Contexte du projet

### 1. Présentation de l'entreprise Europoudrage

Dans le cadre de notre projet d'Atelier de Transfert et d'Innovation (ATI), le travail effectué se fait en collaboration avec la société SARLEUROPOUDRAGEEST qui se situe à Charmes dans les VOSGES. Cette société a été créée en mars 2002 et s'intéresse au commerce inter-entreprises en vendant des fournitures et équipements industriels divers destinés à l'applications de peintures poudres.

Monsieur Jean-Pierre Caquel et Madame Martine Sanches dirigent et gèrent ensemble cette société composée de 5 salariés. Ses dirigeants nous ont été d'une grande aide dans l'avancement de notre projet et ont toujours été d'un immense soutien. La société Europoudrage a de nombreux partenaires comme par exemple l'entreprise GEMA, experte en fourniture d'équipement pour l'application de peintures poudre.

La société assure dans toutes ses relations un rôle de spécialiste dans les procédés d'application de peinture. L'application de prédilection de la société Europoudrage est le poudrage électrostatique, une technique particulière qui consiste à charger la peinture négativement et le substrat positivement afin d'accrocher la peinture au substrat.

Cette petite société est responsable d'environ 180 installations diverses ce qui représente 600 pistolets automatiques ainsi que 200 manuels. La diversité de ses produits de marque « Gema » destinés à l'application de peintures poudres qu'elle propose, permet de toucher un maximum d'entreprises et de se présenter comme experte dans son domaine. Les produits de la société Europoudrage peuvent être amenés à être utilisés dans le cadre de mise en peinture dans l'automobile, la climatisation, ou encore le mobilier métallique.

La société SARLEUROPOUDRAGEEST assure non seulement la vente de pistolets et cabines destinés à l'application de peintures poudres mais également l'étude, la réalisation, et le suivi de ses produits. Il n'hésite pas à s'engager en assurant la maintenance et la réparation de leurs produits afin d'affirmer la qualité de leurs produits.



Figure 5 : Logo de la société Europoudrage



Figure 6 : Equipement de mise en peinture poudre de l'entreprise GEMA

## 2. Présentation de l'équipe

### Desobry Thomas :

J'ai suivi un parcours classique de filière Scientifique. Une fois mon baccalauréat obtenu, j'ai décidé de continuer mes études. Ne sachant pas précisément dans quel domaine je souhaitais travailler, je me suis dirigé vers les classes préparatoires du lycée Henry Poincaré en 2013 en Maths Physique et Science de l'Ingénieur. Après un semestre, j'ai réalisé que je n'étais pas fait pour travailler dans les mathématiques et j'ai décidé d'arrêter la classe préparatoire.

L'Ecole Européenne en Génie des Matériaux (EEIGM) s'est avérée être une très bonne opportunité. J'ai alors intégré le cycle EEIGM au deuxième semestre de première année. J'y ai effectué mes deux années préparatoires et je suis maintenant en première année de cycle d'ingénieur. Durant ces années, je me suis découvert une passion pour la Science des matériaux et l'ouverture internationale de l'école est très enrichissante.

A l'heure actuelle, je souhaiterais travailler sur les polymères en ingénieur R&D ou bien en contrôle qualité.

### El Hadig Mohamed :

A la suite de l'obtention de mon baccalauréat scientifique, j'ai intégré les classes préparatoires aux grandes écoles des ingénieurs filières mathématiques et physique. Après avoir passé deux ans, j'ai réussi mon Concours National Commun (CNC), j'ai intégré ensuite l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Rabat option Electromécanique (ENSMR). Par la suite de deux ans à l'ENSMR, j'ai réussi à rejoindre l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux dans le cadre d'un double diplôme.

Pour l'avenir, je souhaite travailler dans le secteur automobile, puisque ma formation en électromécanique et en génie des matériaux me permettra d'acquérir une polyvalence pour exceller dans ce domaine. Et je suis intéressé également par le secteur biomédical, surtout en ce qui concerne les implants et les prothèses bioniques, comme j'avais toujours une passion pour la médecine.

### Diviez Lucie :

Après avoir obtenu mon baccalauréat scientifique à Carcassonne, j'ai décidé d'intégrer « La Prépa des INP » de Toulouse. C'est une classe préparatoire intégrée à différentes écoles d'ingénieurs du réseau des Instituts Nationaux Polytechniques (INP). C'est une classe préparatoire généraliste ce qui m'a permis d'approfondir les différentes matières tels que les mathématiques, la physique, la mécanique, la chimie et la biologie essentiellement. Au quatrième semestre nous devons choisir une spécialisation afin de bien choisir l'école à venir. C'est donc à ce moment-là que j'ai découvert ce qu'étaient les matériaux et que j'ai ressenti un réel intérêt pour la matière. Afin de conforter ma décision j'ai effectué un stage dans un laboratoire de matériaux à l'INSA Lyon. Ce stage m'ayant beaucoup plu, j'ai donc choisi de mettre l'EEIGM dans ma liste de vœux. Cette école, en plus de sa spécialisation dans les matériaux, a attiré mon attention de par son ouverture à l'étranger et ses nombreuses possibilités de stage. Ces deux atouts me semblent essentiels pour construire mon parcours professionnel. J'ai donc intégré l'EEIGM en troisième année.

Martinez Jose :

Mon intérêt pour la science vient de loin. J'ai fait le baccalauréat scientifique à Barcelone et après j'ai continué mes études dans une des meilleures universités de Barcelone dans le cadre de l'ingénierie des matériaux. Dans l'ETSEIB j'ai eu l'opportunité m'immerger dans la science de matériaux ainsi comme dans des autres sciences utiles pour mon futur comme ingénieur. J'ai fait un stage industriel chez Grifols Engineering dans le domaine de la gestion de projets.

Je considère l'EEIGM comme une très bonne option. Cette opportunité va me servir pour approfondir mes connaissances en science de matériaux. La projection internationale que cette école m'apporte est unique, pas seulement pour les trois langues étrangères que l'on pratique mais également pour avoir camarades provenant de plusieurs pays de l'union européenne.

Depuis mon début à l'université j'ai souhaité me dédier au secteur professionnel de la métallurgie, notamment dans le secteur automobile.

De Medts Geoffrey :

Mon parcours dans le supérieur commence à l'EEIGM en classe préparatoire. Après ces deux années, j'ai effectué une année d'alternance en collaboration avec ArcelorMittal en tant que technicien supérieur dans le domaine Quality&Product. Ensuite j'ai poursuivi mes études en cycle d'ingénieur toujours dans le domaine des matériaux à l'EEIGM.

Mon intérêt pour cette école est double. Elle est portée sur les langues, me donnant un accès au secteur international, et sur les sciences qui me permettent d'avoir un métier axé sur la technique. A plus long terme, je souhaite travailler à l'étranger dans le domaine de la recherche de la défense et de l'aérospatial.

### **3. Passation du projet de l'année 2014-2015 au projet de l'année 2015-2016**

Le projet effectué cette année est dans la continuité d'un projet réalisé l'année dernière (2014-2015) par nos collègues de l'EEIGM maintenant en quatrième année. Le groupe était composé de Christel Peiffer, Othmane Jerhaoui, Miquel Regidor et Paul Moyaux. Leurs travaux étaient principalement consacrés à l'étude du phénomène de bullage à l'aide de recherches bibliographiques approfondies et de visites d'entreprises. Leurs travaux ont permis d'énumérer les diverses méthodes d'application de peintures poudres, les types de substrats, les traitements de surface, et les différentes étapes de procédés. Une fois toutes ces données en leur possession, ils sont parvenus à déterminer les étapes clefs qui induisent l'apparition du phénomène de bullage et ont proposé des pistes de solution pour limiter ce phénomène qui est un problème majeur pour diverses entreprises.

Avec l'appui de leurs travaux et leur soutien, le projet de l'année 2015-2016 s'inscrit dans la continuité de leur étude en proposant la caractérisation de pièces métalliques à différentes étapes de procédé de mise en peinture par poudrage. Les travaux effectués ont été principalement consacrés à la préparation et l'analyse de divers échantillons au microscope optique et électronique à balayage. Ces recherches ont permis de définir plus précisément les sources du problème de bullage et le passage inévitable par une étape d'étuvage.

### III. Présentation des entreprises ainsi que des échantillons d'aluminium étudiés

Durant notre projet, nous avons pu travailler sur l'aluminium avec deux entreprises : CETAL située à Velaine-en-Haye en Lorraine qui travaillent sur des pièces profilées et laminées et COLIBRU située à Schirmeck en Alsace qui travaille sur des pièces moulées.

Durant notre projet, nous avons pu observer dans sa globalité l'aluminium au Microscope Electronique à Balayage (MEB), mais nous n'avons malheureusement pas eu le temps d'observer les métaux ferreux.

#### 1. Les alliages d'aluminium (entreprises CETAL et COLIBRU)

##### L'aluminium

L'aluminium est l'élément chimique de numéro atomique 13, de symbole Al. L'aluminium est très utilisé pour des applications où les pièces doivent être légères car la masse volumique de l'aluminium est nettement inférieure à celles des autres métaux utilisés dans l'industrie (masse volumique de l'aluminium environ de  $2,7 \text{ g/cm}^3$  comparé à en moyenne plus de  $7 \text{ g/cm}^3$  pour les métaux ferreux)

Néanmoins, pour des applications qui nécessitent certaines propriétés mécaniques spécifiques, l'utilisation d'alliages d'aluminium pour la fonderie et de corroyage est plus fréquente. Les différents types d'alliages d'aluminium corroyés et d'alliages d'aluminium pour la fonderie sont classés en différentes séries en fonction des composants d'alliage :

##### Différents types d'alliages d'aluminium corroyés :

Aluminium et alliage d'aluminium corroyé	
Série 1000	Aluminium pur
Série 2000	Aluminium et cuivre
Série 3000	Aluminium et manganèse
Série 4000	Aluminium et silicium
Série 5000	Aluminium et magnésium
Série 6000	Aluminium, silicium et magnésium
Série 7000	Aluminium et zinc
Série 8000	Aluminium et autres éléments

Tableau 1 : Tableau des différents types d'alliages d'aluminium corroyés



## Différents types d'alliages d'aluminium de fonderie :

Aluminium et alliage d'aluminium pour la fonderie	
Série 21000	Aluminium et cuivre
Série 40000	Aluminium et silicium
Série 51000	Aluminium et magnésium
Série 71000	Aluminium, zinc et magnésium

*Tableau 2 : Tableau des différents types d'alliages d'aluminium de fonderie*

Les échantillons dont nous disposons pour faire nos caractérisations sont des échantillons de séries 21000 et 5000. Chaque série d'Aluminium a été traitée par deux entreprises différentes. La série 5000 par l'entreprise CETAL qui sont des pièces profilées et la série 21 000 par la société COLIBRU (filiale de la fonderie de la Brûche) qui sont quant à elle des pièces de fonderie.

### 1.1 Echantillon d'alliage d'aluminium de la série 5000 profilé, entreprise CETAL

CETAL est une entreprise française située en Lorraine qui conçoit, dimensionne et fabrique des portails, brise-vue, garde-corps ainsi que des clôtures en aluminium. Elle possède une chaîne complète qui, à partir des profilés en aluminium permet d'obtenir le produit fini. L'unité de traitement de surface et de peinture fait partie intégrante de la chaîne. Elle est la première étape dans le processus de fabrication. CETAL est un concepteur producteur qui travaille à une échelle nationale et internationale. Elle possède des qualifications qui font appel à des règlements et des contrôles stricts.

Monsieur Salze, directeur et responsable de l'unité de production, nous a détaillé les différentes étapes du processus de traitement chez CETAL. Les pièces sont entreposées dans un grand hangar. Cette entreprise est spécialisée dans le traitement de surface et la mise en peinture poudre de pièces d'aluminium. Elle travaille également sur quelques pièces en acier galvanisé, mais cela reste minoritaire. L'entreprise possède une chaîne de production avec une unité de production intégrée qui peut se décomposer en plusieurs parties. Il y a dans un premier temps le traitement de surface, ensuite l'étape d'étuvage puis l'application de la peinture et la cuisson de celle-ci.

Nous avons à disposition dès le commencement de notre projet, plusieurs échantillons d'aluminium laminés. Le projet de l'année dernière avait déjà travaillé en collaboration avec l'entreprise CETAL, c'est pourquoi nous avons demandé à cette entreprise s'il était possible de collaborer et de passer nos échantillons sur leurs lignes de production. L'entreprise CETAL a tout de suite accepté et nous avons fait une visite de l'entreprise accompagnés de Monsieur Bertrand Salze. Nous avons préalablement envoyé 6 échantillons d'Aluminium dont nous disposions à l'entreprise en demandant pour chaque échantillon un procédé différent :

- 1 : Echantillon témoin, n'ayant subi aucun traitement.
- 2 : Echantillon ayant subi un traitement chimique adapté aux aluminium puis un étuvage
- 3 : Echantillon ayant subi un traitement adapté aux aciers puis un étuvage
- 4 : Echantillon ayant suivi le traitement chimique, un étuvage puis mis en peinture



- 5 : Echantillon ayant suivi un traitement chimique, séché à l'air libre (20°C) puis mis en peinture

### Pourquoi ces choix ?

L'objectif est de cibler et de caractériser les différences visibles entre les échantillons en leur faisant subir des traitements différents. Cela permettra de constater ou non, si une étape est déterminante vis-à-vis du phénomène de bullage en comparant l'interface peinture substrat à l'aide de différentes techniques de caractérisation (Microscope optique et MEB en particulier).

Ce qui nous intéresserait le plus dans le cadre de notre projet serait d'observer une différence notable entre les échantillons 2 et 3, c'est-à-dire avec et sans étuvage car c'est l'étape clef que les industriels souhaitent éviter à tout prix car elle est très énergivore et coûte extrêmement cher. Dans un objectif de développement durable et d'économie financière, l'enjeu est double pour les entreprises.

CETAL réceptionne des pièces profilées, ils s'occupent du dégraissage, du traitement de surface, des finitions et du laquage. Ils sont parfois amenés à faire de la découpe et de la flexion sur certaines pièces. Quelques précisions sur leur traitement chimique ont été apportées par Monsieur Salze. La quasi-totalité des pièces qu'ils reçoivent ont déjà subi un traitement thermique.

De plus, il est important de noter que l'entreprise CETAL propose deux types de traitement de surface, l'un adapté à l'aluminium et l'autre plus adapté aux aciers composé tous deux de 12 bains. Donc finalement, cinq de nos six échantillons ont suivi le programme 1 adapté à l'aluminium, et le dernier échantillon a subi le programme 2 adapté aux aciers.

pour temps maxi + 30s			Programme choisi	
			Prog 1	Prog 2
Cuve 1	Dégraissant dérochant alcalin	Temps immersion haut du panier	3min15	35s
		Temps d'égouttage	25s	5s
Cuve 2	Rinçage alcalin n°1 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	60s
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 3	Rinçage alcalin n°2 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	35s
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 4	Rinçage alcalin n°2 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	35s
		Temps d'égouttage	40s	5s
Cuve 5	Dérochant acide	Temps immersion haut du panier	3min15s	40s
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 6	Rinçage alcalin n°1 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	60s
		Temps d'égouttage	35s	5s

Cuve 7	Rinçage alcalin n°2 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	35s
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 8	Rinçage alcalin n°3 eau déminéralisée	Temps immersion haut du panier	55s	35s
		Temps d'égouttage	45s	5s
Cuve 9	Conversion sans-chrome	Temps immersion haut du panier	20s	1min50
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 10	Rinçage alcalin n°1 eau distillée	Temps immersion haut du panier	45s	35s
		Temps d'égouttage	35s	5s
Cuve 11	Rinçage alcalin n°2 eau déminéralisée	Temps immersion haut du panier	55s	35s
		Temps d'égouttage	45s	5s
Cuve 12	Rinçage alcalin n°3 eau déminéralisée	Temps immersion haut du panier	1min	40s
		Temps d'égouttage	2min	45s

*Tableau 3 : Traitement de surface chimique effectué par l'entreprise CETAL*

Les trois bains clefs de ces douze bains sont ceux surlignés en rouge correspondant aux étapes décrites en introduction ;

- Le dégraissant dérochant alcalin
- Le dérochant acide
- La conversion « sans-chrome »

Chacune de ces étapes est suivie de trois rinçages.

Finalement, pour résumer le procédé de traitement de surface chimique effectué par CETAL, il est composé dans un premier temps d'un prétraitement avec une étape de dégraissage et une étape de décapage alcalin et acide. Ensuite, ce prétraitement est suivi d'un traitement par conversion chimique.

La visite des locaux de CETAL nous a permis de voir une très bonne organisation d'entreprises où chacun à son rôle. La propreté au sein des locaux était remarquable, il faut préciser que CETAL dit rencontrer peu de problèmes liés au bullage sur ses échantillons.

## 1.2 Echantillon d'alliage d'aluminium de la série 21000 de fonderie, COLIBRU

COLIBRU est une partie de la fonderie de la BRUCHE et c'est elle qui nous a reçus. La rencontre s'est divisée en deux parties, la visite de l'entreprise dans un premier temps puis la prise de connaissance de leur procédé et de leurs retours d'expériences dans un second temps.

Durant toute notre visite, nous avons été accompagné par Monsieur Pascal Himbert, directeur de l'entreprise COLIBRU.

### Présentation de l'entreprise

COLIBRU est une entreprise à taille humaine. Elle se démarque par sa capacité à concrétiser un projet du début à la fin. C'est-à-dire qu'à partir de simples plans, elle va fournir aux clients le produit fini, qu'il soit simple ou complexe, ou composé de plusieurs pièces. Ce type de service donne de la valeur ajoutée aux pièces et représente leur meilleure rentabilité. Les pièces sont relativement petites et sont par exemple des pièces de moteur, des pièces de robots ménagers. Une grande partie des tâches est robotisée avec des interventions humaines pour faire l'intermédiaire entre les ateliers ou pour effectuer des tâches minutieuses (ex : détacher les pièces reliées par les masselottes, déplacer les palettes...).

### ***Fonderie***

Les pièces sont produites dans une fonderie locale et sont quasiment exclusivement de l'aluminium pur. L'aluminium est obtenu à partir de lingot d'aluminium ainsi que de leurs déchets d'aluminium. En effet, l'entreprise recycle ses masselottes, c'est-à-dire les parties non fonctionnelles mais obligatoires sur les pièces moulées. Des échantillons sont gardés régulièrement et analysés chimiquement par une équipe de contrôle.

### ***Traitements de surface***

COLIBRU utilise un grand panel de procédés comme le grenaillage, l'attaque acide, le martèlement de pierres sur un tapis vibrant et la métallisation. Les procédés sont choisis selon les attentes du client puisque le rendu ne serait-ce que l'esthétique n'est pas le même. Ces procédés ont l'avantage de retirer toutes les traces de moulage, et si cela n'est pas suffisant, il y a une équipe qui peut récupérer les pièces sensibles et finir le travail.

### ***Application de la peinture***

Les pièces sont suspendues sur un rail avançant à une vitesse constante dans chaque atelier. L'atelier est de la taille nécessaire pour que la pièce y passe suffisamment de temps. Suite à un étuvage, un peintre projette de la peinture poudre sur les pièces électrostatiques dans les endroits difficiles d'accès tandis que la majorité du travail restant est automatisé. La peinture est polymérisée à chaud, tout comme l'étuvage qui consiste en un passage dans un tunnel.

### ***Assemblage***

Enfin, une équipe s'occupe de monter les pièces complexes et si besoin de faire les finitions nécessaires.

### **Retour d'expérience et prise de connaissance du procédé**

Le directeur Monsieur Himbert nous a expliqué leur méthode et l'histoire de l'entreprise. Il nous a fourni plusieurs échantillons à problème qu'ils ont testés pour cibler une cause possible du bullage. Leurs tests n'ont rien apporté et il attend un retour d'analyse microscopique.

Dans l'ensemble, il n'a pas réellement de solution pour éviter avec certitude le bullage. Il sait seulement que certains facteurs peuvent augmenter les risques d'apparition de phénomène de bullage. Monsieur Himbert nous a très gentiment fait parvenir toutes les informations nécessaires à la compréhension de leurs tests (composition de leur bain, conditions de traitement, temps d'étuvage...) pour que nous puissions au mieux comprendre et cibler les facteurs les plus importants.

Les échantillons de la série 21000 fournis par la société COLIBRU ont suivi un processus de fusion. Les échantillons ont été formé par injection dans un moule puis recouverts par une peinture poudre.

Le processus de mise en peinture est divisé en 10 phases :

- Phase 1 : Dégraissant phosphatant SURTEC 601 (acide faible de pH 4,5-5)  
*Fiche technique SURTEC 601 : [http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT\\_SurTec\\_601\\_F\(1\).pdf](http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT_SurTec_601_F(1).pdf)*
- Phase 2 : Rinçage
- Phase 3 : Dérochage SURTEC 497 (acide exempt de dérivé chromique, pH < 2)  
*Fiche technique SURTEC 497 : [http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT\\_SurTec\\_497.pdf](http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT_SurTec_497.pdf)*
- Phase 4 : Rinçage
- Phase 5 : Rinçage eau déminéralisée
- Phase 6 : Passivation SURTEC 640 (acide exempt de chrome, pH 2,5-3)  
*Fiche technique SURTEC 640 : [http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT\\_SurTec\\_640.pdf](http://www.surtec-france.com/fpdb/Pdf/FT_SurTec_640.pdf)*
- Séchage dans un four à 255°C
- Poudrage : Application de la peinture dans une cabine manuelle
- Polymérisation dans un four à 170°C
- Décrochage et conditionnement

COLIBRU avait déjà réalisé des études sur les différents types de peintures et évalué l'impact que cela avait vis-à-vis du phénomène de bullage. Ces études ont été réalisées avec deux peintures et un composant anti bulle. Les résultats sont les suivants :

	Azko Blanc N°4	Azko Blanc N°4 + Antibulle	Tiger Blanc Nature + Antibulle
N° de pièces traitées	30	60	60
Pièces sans bullage	12	60	59
Pièces avec bullage	18	0	1
Observations		Aspect peau d'orange	14/59 présentent de petite imperfections

*Tableau 4 : Données sur les pièces fournies par la filiale COLIBRU de la fonderie de la Brûche*

Toutes ces pièces ont suivi le traitement décrit ci-dessus. Grace à ces résultats, il est facile d'observer l'influence significative que le composant anti bulle apporte. Durant notre projet, nous sommes principalement focalisés sur l'impact du type de substrat sur le phénomène de bullage, mais il ne faut pas négliger l'importance de la qualité de la peinture également. Pour pouvoir en savoir plus, nous avons étudié des échantillons en prenant en considération le facteur du substrat.

## 2. Préparation des échantillons de CETAL pour la caractérisation au MEB

Pour obtenir des images concluantes avec le MEB, il est nécessaire de préparer au préalable les échantillons. Dans tous les cas une surface parfaitement lisse et propre est nécessaire. Pour obtenir ce type de surface, les étapes suivantes ont été suivies :

### Mise en résine :

Pour les observations en coupe, les échantillons sont mis en résine afin de permettre un bon maniement. Pour les échantillons d'Aluminium, la Lucite (PMMA) est utilisée. Elle est donc utilisée pour les échantillons fournis par CETAL.



Figure 7 : Echantillon mis en résine

Lucite (PMMA) : Ce polymère est utilisé avec les échantillons d'aluminium car il polymérise à froid. Dans le cas d'une application chaude, l'augmentation de température induirait une modification de la structure des aluminiums. La polymérisation froide commence en mélangeant le monomère méthacrylate de méthyle (MMA) avec un amorceur.

### Polissage :

Cette étape a pour objectif de laisser la surface de l'échantillon sans éraflure ni rayure, et de laisser un aspect brillant à effet miroir. Le procédé consiste à polir le cylindre contenant l'échantillon à l'intérieur avec un papier abrasif de plus en plus fin. L'opération commence avec une taille d'abrasif de 1200, puis 800, 600 240 et 80 $\mu$ m. Puis par un polissage encore plus fin avec l'aide de draps abrasifs et de poudre de diamant de taille 9, 3 et 1  $\mu$ m.

Le polissage est suivi d'un **rinçage à l'acétone** pour éliminer la poussière, les particules abrasives ainsi que la graisse et d'un séchage par projection d'air.

Pour les échantillons sans peinture ces trois procédés sont suffisants pour une bonne observation avec le MEB. Toutefois, pour les échantillons qui présentent une couche de peinture, une métallisation est obligatoire avant introduction dans le MEB. Cette technique consiste à recouvrir l'échantillon avec du carbone graphite afin de donner une conductivité à la surface de la peinture, qui est par nature isolante. Si le recouvrement n'était pas fait, la couche de peinture serait invisible au MEB, puisqu'il fonctionne grâce au passage du courant dans l'échantillon.

## IV. Etude et caractérisation au SCMEM à la faculté des Sciences et techniques de Vandœuvre-lès-Nancy au MEB

Les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) ont été faites à la faculté des sciences et techniques de Nancy, dans l'enceinte du Service Commun de Microscopie Electronique et de Microanalyse (SCMEM). Les observations ont été faites à deux tensions différentes :

- Une tension relativement élevée à 15 kV, ce qui correspond à l'observation d'un volume d'analyse en forme de poire d'environ quinze  $\mu\text{m}^3$ .
- Une tension très faible de 1 kV ce qui correspond volume d'analyse de moins d'un micromètre.

Ainsi le passage d'une tension à l'autre permet soit d'observer l'extrême surface, soit le matériau un peu plus en profondeur. De plus, le MEB est également capable de donner des informations sur la composition chimique des zones analysées. Les données chiffrées sont dans ce rapport toujours exprimées en pourcentage massique. Elles ne constituent en aucun cas une valeur fixe mais simplement une valeur quantitative.

Les résultats sont regroupés dans le but de caractériser les effets de chaque étape du procédé de mise en peinture.

### 1. Echantillon d'aluminium de la série 5000 traité par l'entreprise CETAL

Echantillon	Traitement suivi
1	Aucun, échantillon témoin
2	Traitement de surface suivi d'un étuvage
3	Traitement de surface adapté aux aciers suivi d'un étuvage
4	Traitement de surface + étuvage + mise en peinture poudre
5	Traitement de surface + séchage à l'air libre + mise en peinture poudre

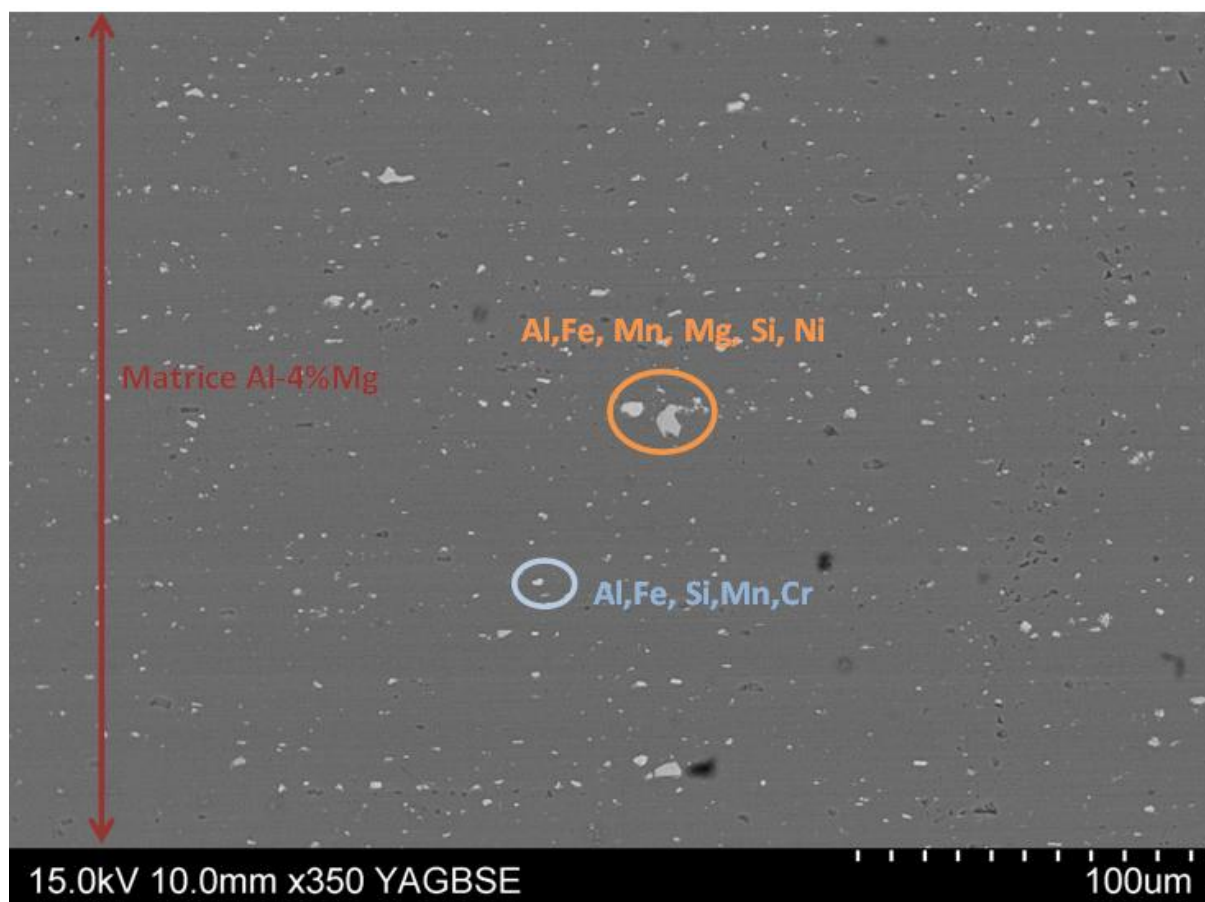
Tableau 5 : Récapitulatif des échantillons de la série 5000 caractérisés

#### 1.1. Analyse de la matrice, échantillon témoin (1)

Notons qu'un des facteurs pouvant causer le bullage est le type de substrat utilisé. C'est pourquoi il est nécessaire de caractériser la matrice de l'échantillon au MEB. Le premier cliché étudié est un cliché effectué au SCMEM de Nancy, sur un échantillon témoin d'Aluminium de série 5000 n'ayant subi aucun traitement (identique à ceux envoyé à l'entreprise CETAL)

Le MEB également conçu pour déterminer la composition de la matrice, présente l'échantillon très majoritairement composé de l'Aluminium et du Magnésium.

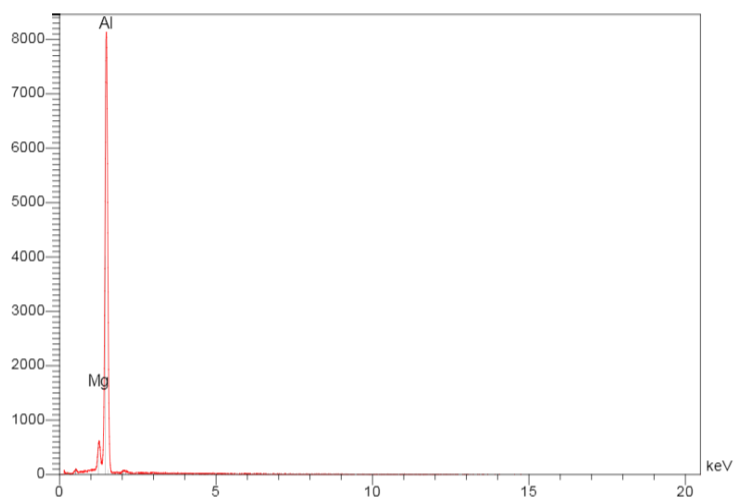
La matrice de l'échantillon est donc composée d'aluminium et de magnésium à 4% massique. Plusieurs phases intermétalliques différentes sont également présentes. Majoritairement il y en a deux types, et les tâches noires sont des trous dans la matrice. [IMAGE1]



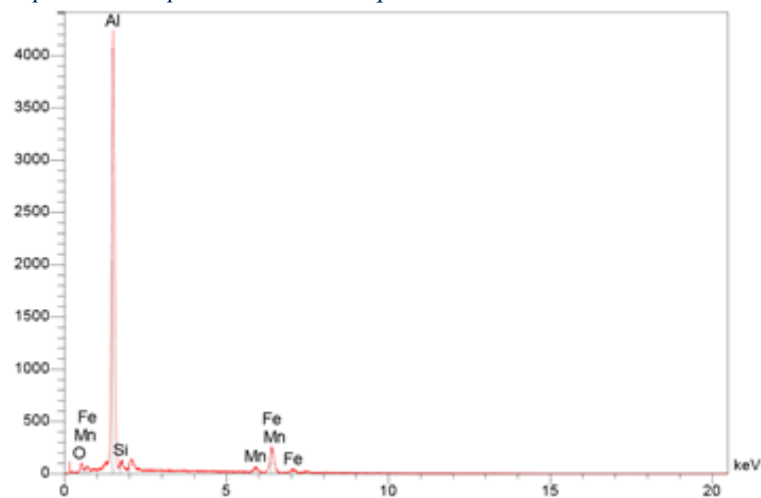
[IMAGE 1] Echantillon d'aluminium 1, témoin

	Mg	Al	Si			Mn	Fe	Ni	Cr
<b>Matrice</b>	<b>4.0</b>	<b>96.0</b>							
<b>Phase Bleue</b>		<b>79.7</b>	<b>5.2</b>			<b>3.8</b>	<b>10.9</b>		<b>0.4</b>
<b>Phase Orange</b>	<b>1.1</b>	<b>80.0</b>	<b>0.9</b>			<b>2.3</b>	<b>15.5</b>	<b>0.3</b>	

Tableau 6 : Analyse quantitative de la composition des phases intermétalliques



Graphique 1 : Analyse de la matrice, échantillon témoin



Graphique 2 : Analyse d'une phase intermétallique de l'échantillon témoin



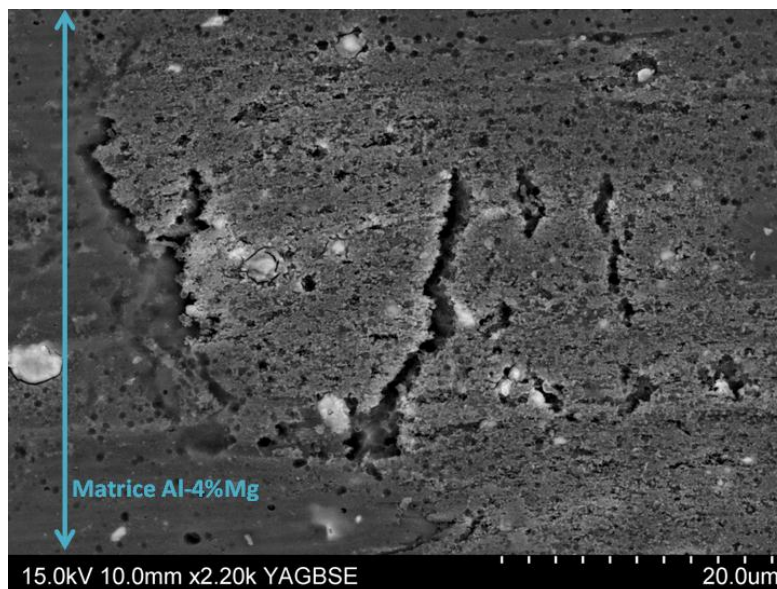
La composition de la phase intermétallique est déterminée à nouveau à l'aide du détecteur EDS. Il sera alors très intéressant de comparer la réaction du traitement de surface sur les phases intermétalliques et sur la matrice et il serait également intéressant de regarder si les phases intermétalliques sont plus sujettes au phénomène de bullage.

## 1.2. Analyse du traitement de surface, échantillon 2 et 3

Les pièces suivantes ont été analysées au MEB après avoir subi un traitement de surface détaillé précédemment de CETAL. Le but de ces observations a été de mettre en évidence un changement de rugosité ou de composition par rapport à l'aluminium non traité. Il est intéressant de remarquer que le traitement de surface réagit différemment selon les phases intermétalliques présentes.

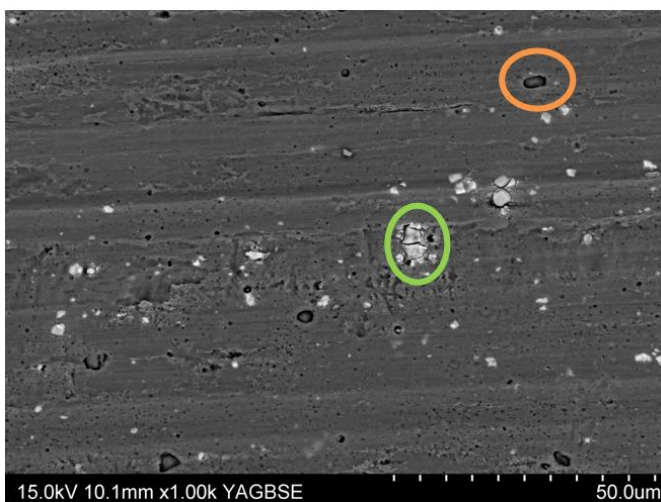
### Traitement Aluminium

Après traitement de surface, un dépôt apparaît sur l'ensemble de l'échantillon. Ce dépôt s'observe par un ajout de Zirconium ainsi que d'Oxygène ainsi qu'une évolution topographique de l'échantillon.

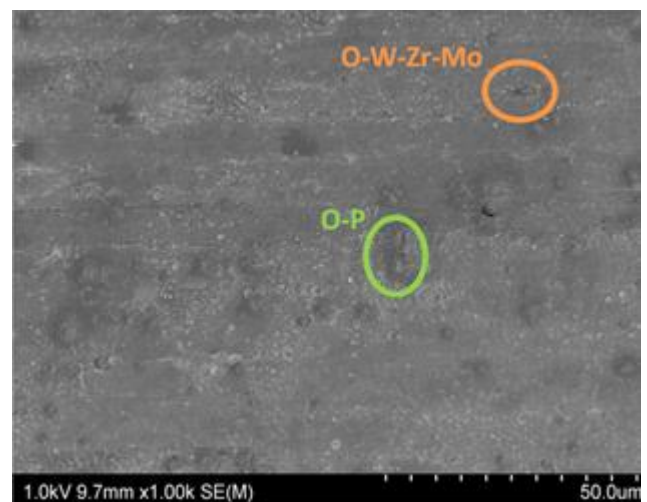


[IMAGE 2] Dépôt du traitement de surface l'échantillon 2 (traité + étuvé)

Cependant le traitement de surface agit différemment sur les phases intermétalliques. La composition de la phase intermétallique noire sur l'[IMAGE 3.1 et 3.2] apparaît avec un supplément d'Oxygène, de Tungstène, de Zirconium et de Molybdène. Les phases intermétalliques claires sont maintenant seulement enrichies en Oxygène et en Phosphate.

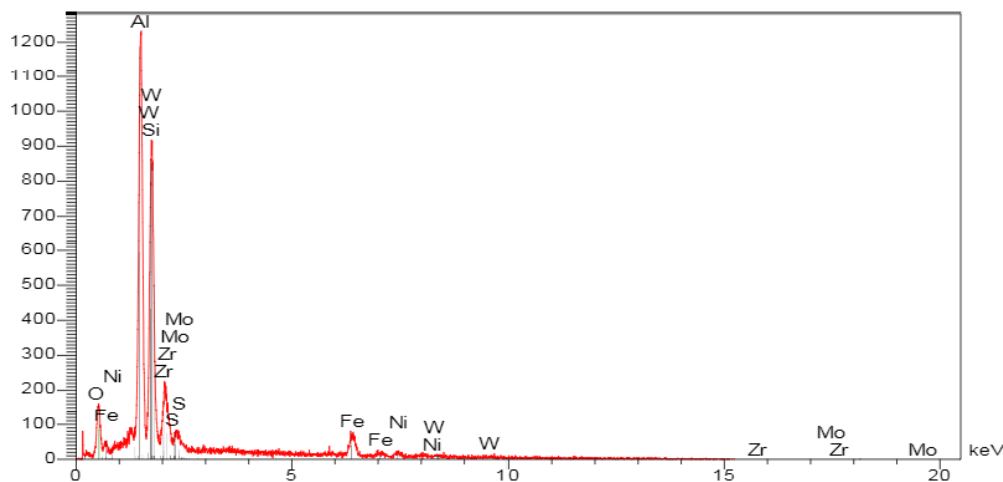


[IMAGE 3.1] Image de l'échantillon 2 (traitement + étuvage)



[IMAGE 3.2] Cliché identique à très faible tension





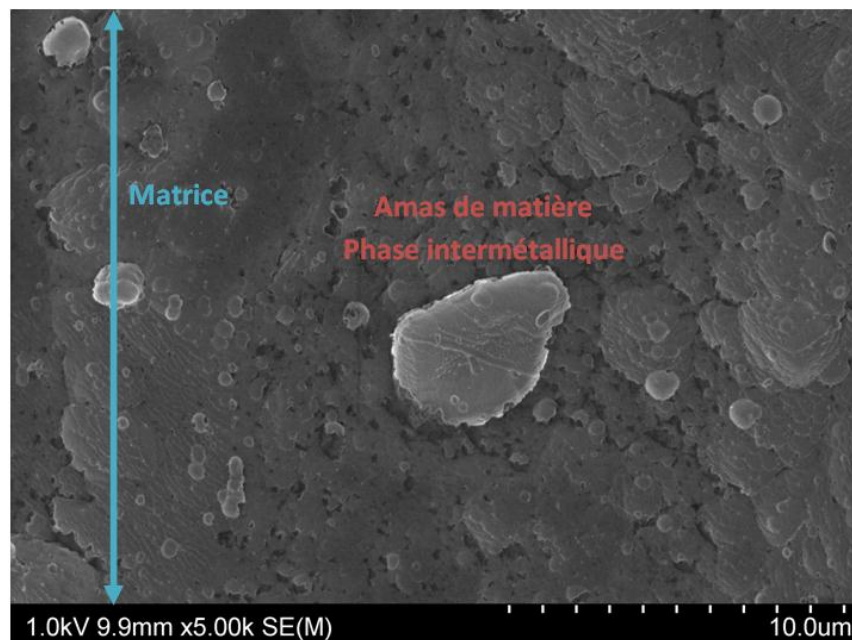
Graphique 3 : Analyse de la composition de la phase intermétallique entourée en orange après traitement de surface

Les phases intermétalliques diffèrent de la matrice car elles sont recouvertes d'une couche plus importante de revêtement, ce qui se traduit par des amas de matière comme présentés sur l'image suivante [IMAGE 4].

Etant donné que les échantillons de CETAL ne présentent aucun problème de bullage, il est très difficile de définir si oui, ou non, la présence de ces amas de matière influent sur la présence de bulle à la surface.

En conclusion, le traitement chimique s'accumule énormément au niveau des phases intermétalliques et cela se voit très clairement en analysant leur évolution chimique. Finalement l'hypothèse à avancer est que le traitement chimique agit différemment sur la matrice et les phases intermétalliques, pouvant ainsi induire une rugosité locale à l'origine du phénomène de bullage.

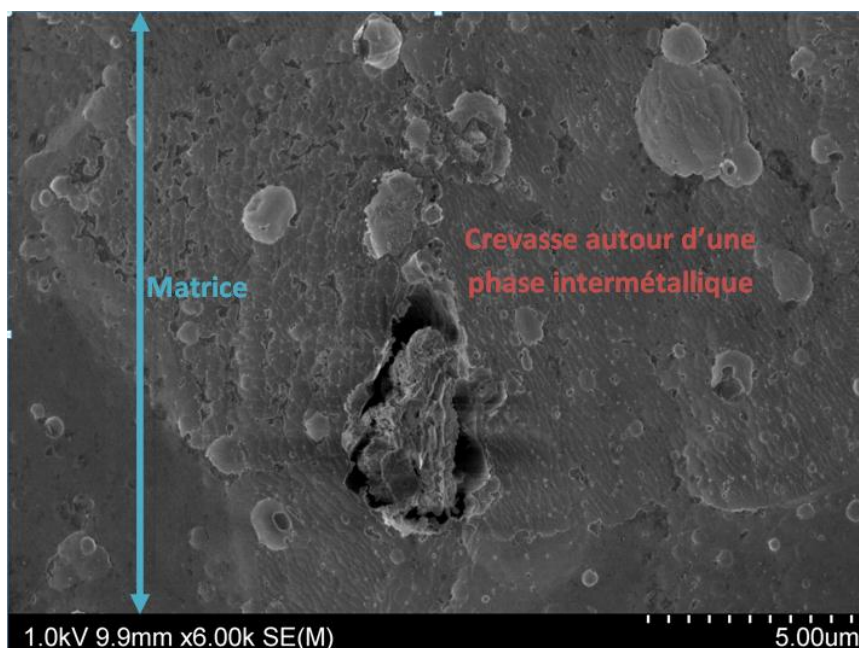
#### Impact sur la topographie de l'échantillon :



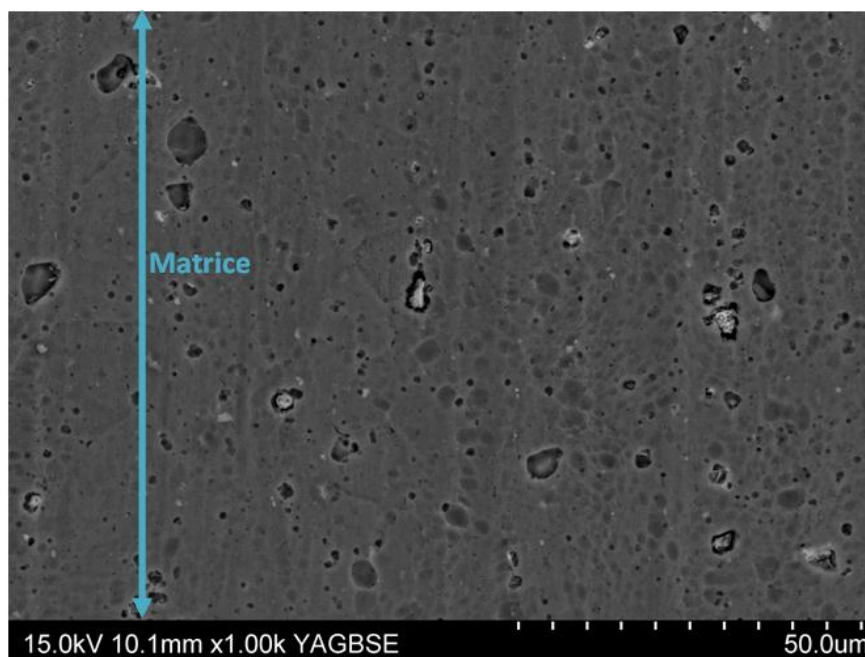
[IMAGE 4] Traitement de surface sur la matrice, amas de matière

Une deuxième expérience a été de comparer les résultats de l'étuvage après un traitement de surface différent normalement utilisé pour les pièces d'acier sur les échantillons d'aluminium. Les résultats montrent que le traitement de surface n'a également pas de réel impact sur le plan topographique à part les petits amas de matière présents au niveau des phases intermétalliques.

La différence par rapport à l'autre traitement adapté aux aluminiums corroyés se situe sur un type d'intermétallique bien particulier. Ce dernier est davantage recouvert par le dépôt du traitement de surface. La phase apparaît comme sortant de la matrice, [IMAGE 5 et 6] c'est-à-dire sortant d'une crevasse comme le montre l'image suivante.



[IMAGE 5] Echantillon 3 ayant subi un traitement de surface adapté aux aciers



[IMAGE 6] Vue d'ensemble de l'échantillon 3

L'échantillon 3 présentant des amas de matière et des crevasses assez importantes présente une certaine rugosité de surface qui peut provoquer l'apparition du phénomène de bullage.

Dans ce cas bien précis, il est possible que le traitement de surface ait creusé la matrice autour du précipité, mettant en évidence la réactivité du site ainsi que la dissolution de l'intermétallique. L'entreprise utilisant ce traitement de surface affirme que le bullage peut apparaître avec ce type de traitement sur des pièces qui ne viennent pas de la fonderie et qui ne sont pas de l'acier, comme par

exemple l'aluminium. Lors de l'application de la peinture poudre, ces crevasses formées par le traitement chimique pourraient engendrer un emprisonnement d'air et par la suite, lors de la cuisson de la peinture, un dégazage provoquant le bullage.

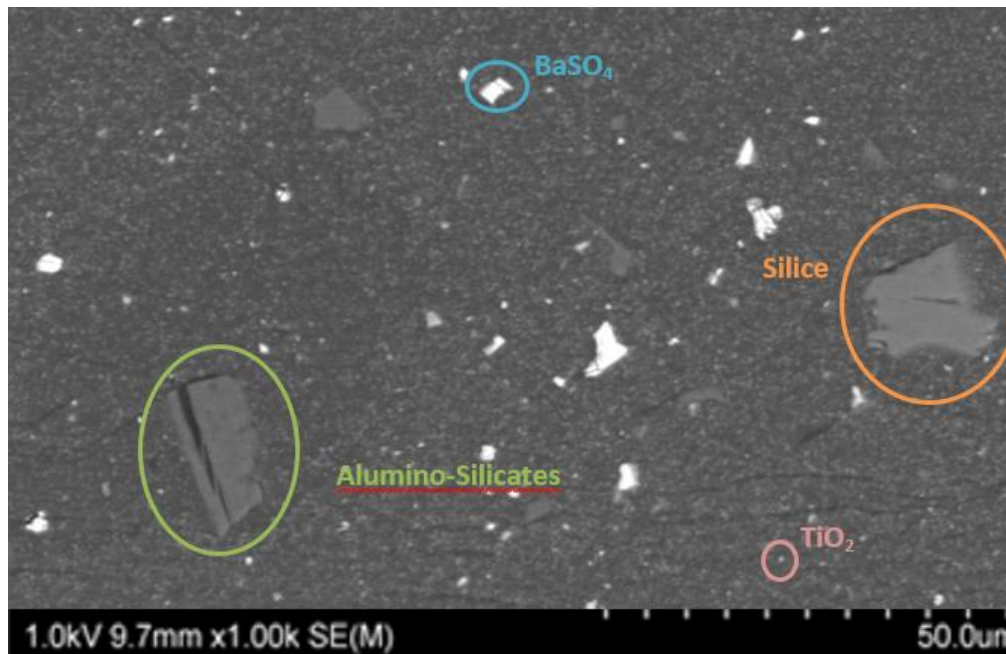
### 1.3. Etuvage et laquage, échantillon 4 et 5

Dans cette partie, le problème clef de notre projet ainsi que des entreprises est étudié. C'est-à-dire la comparaison de deux échantillons ayant subi un traitement de surface chimique identique, l'un séché à l'air libre, l'autre ayant été étuvé (à 220°C).

La comparaison des matrices ne présente aucune différence majeure. Une accumulation de traitement de surface est légèrement plus importante sur les échantillons n'ayant pas subi d'étuvage comparé à ceux ayant subi un étuvage.

La comparaison de l'interface peinture-substrat entre deux échantillons ayant subi exactement le même traitement chimique, l'un étuvé, l'autre séché à l'air ambiant va maintenant être abordée. Et dans ce cas, les résultats sont flagrants.

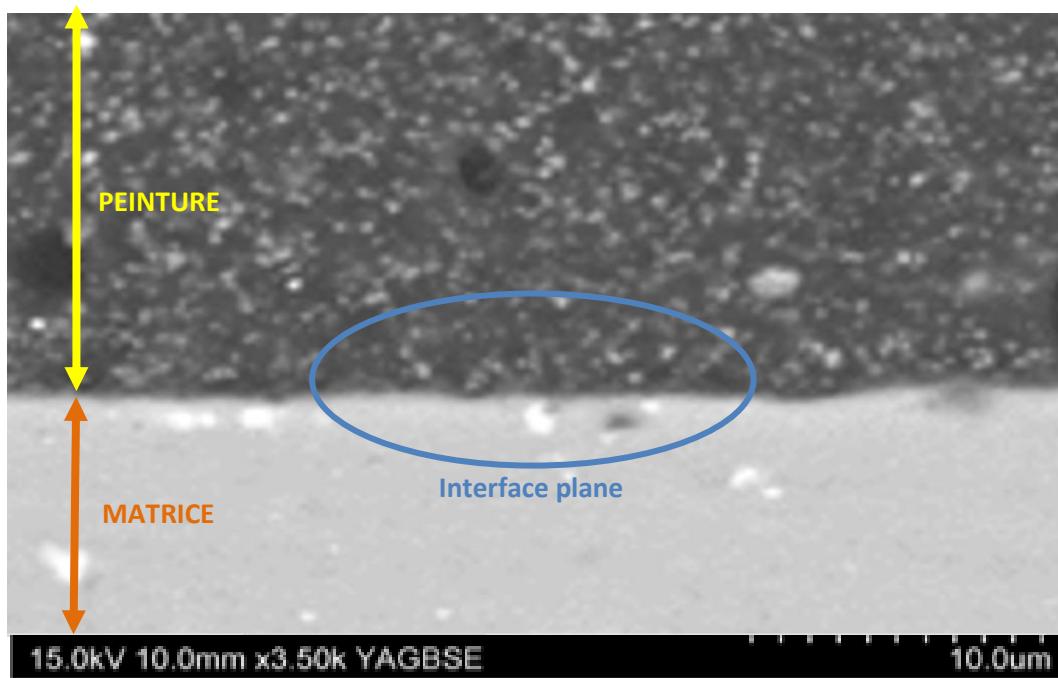
Une analyse préliminaire de la peinture est effectuée, et voici les résultats observés [IMAGE 7]



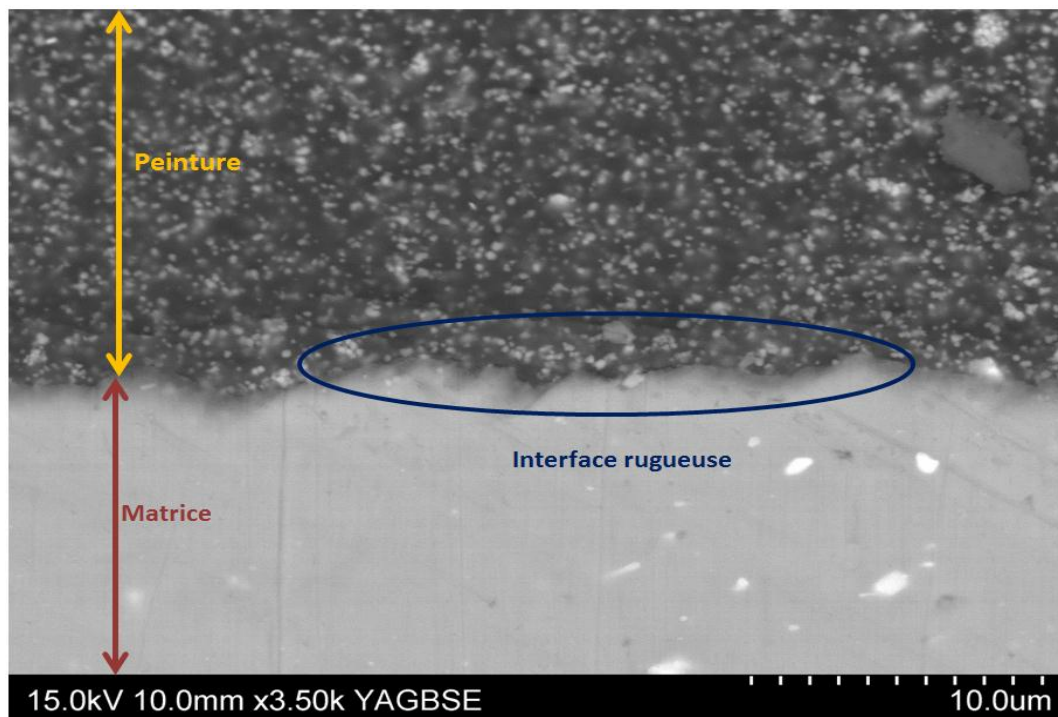
[IMAGE 7] Analyse de la peinture utilisée par CETAL

La peinture utilisée par CETAL contient des gros précipités d'aluminosilicates et de silice. Elle contient également des précipités qui apparaissent très clairs de sulfates de baryum et des précipités d'oxyde de titane difficiles à observer de par leurs petites tailles. Le  $\text{TiO}_2$  est un pigment minéral qui donne la couleur blanche à la peinture.

L'échantillon laqué et étuvé ne présente aucun défaut apparent et l'interface matrice/revêtement ne présente aucune rugosité. L'échantillon ayant subi un étuvage présente une interface peinture-substrat parfaite, l'adhésion de la peinture est idéale et donc très peu de gaz se trouve enfermé. En comparaison, l'échantillon ayant séché à l'air ambiant présente quant à lui une interface peinture-substrat beaucoup moins lisse et la présence de rugosité assez marquée provoque l'emprisonnement de gaz entre la peinture et le substrat. Le revêtement adhère également moins bien à la matrice [IMAGE 8 et 9].



*[IMAGE 8] Aluminium traité en surface, étuvé et laqué (échantillon 4)*

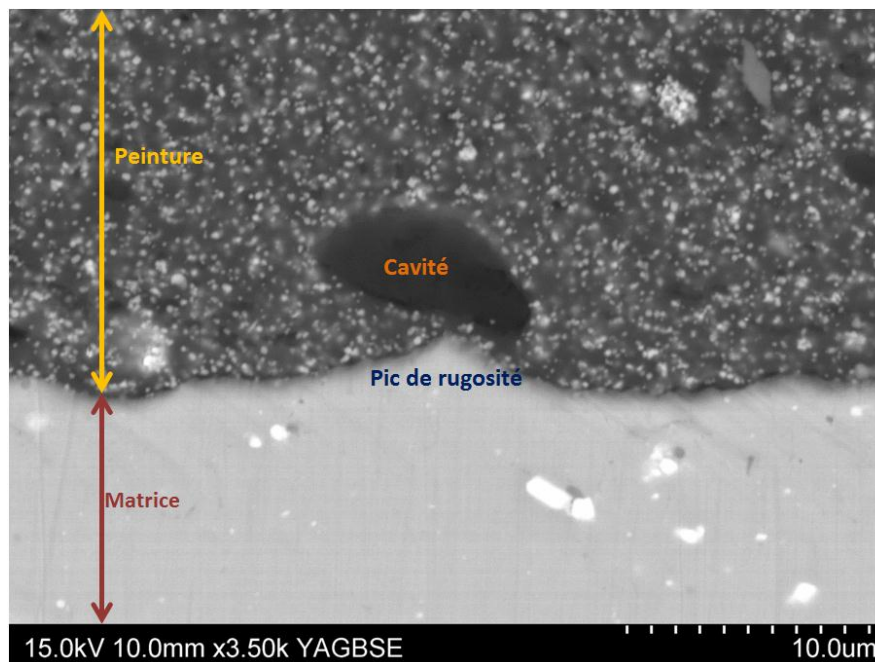


*[IMAGE 9] Aluminium traité en surface et laqué sans étuvage (échantillon 5)*

Un deuxième échantillon présentant plus d'aspérités, apparaît à la fin des opérations de mise en peinture avec des bulles au niveau de certains pics de rugosités. [IMAGE 10] Cependant d'autres bulles sont enfermées dans la peinture sans contact direct avec la matrice, c'est-à-dire sans phase intermétallique ou sans porosité entre elle et la matrice. De plus, étant piégées, elles n'ont pas d'effet macroscopique indésirable.



Cette expérience traduit une différence au sein du revêtement entre un échantillon étuvé et non étuvé mais ne permet pas de tirer des conclusions sur la réelle nécessité de l'étape d'étuvage.



[IMAGE 10] Aluminium traité en surface et laqué sans étuvage au préalable (échantillon 5)

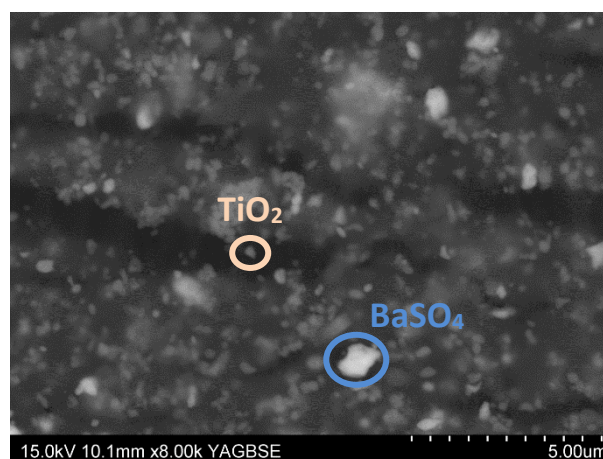
## 2. Performance des agents anti-bulle des peintures, échantillon d'aluminium série 21 000, COLIBRU

Quatre séries de pièces étayent cette partie. Elles se différencient par la nature de la peinture. Selon les cas, l'échantillon peut présenter des bulles, une rugosité différente, ou une interface peinture-substrat plus ou moins résistante

Les échantillons fournis par la fonderie de la Brûche sont des échantillons qui ont été retournés par les clients car ceux-ci présentaient trop de défauts et donc n'était pas commercialisables. La couche de peinture qui recouvre l'échantillon est en moyenne de 200 micromètres d'épaisseur.

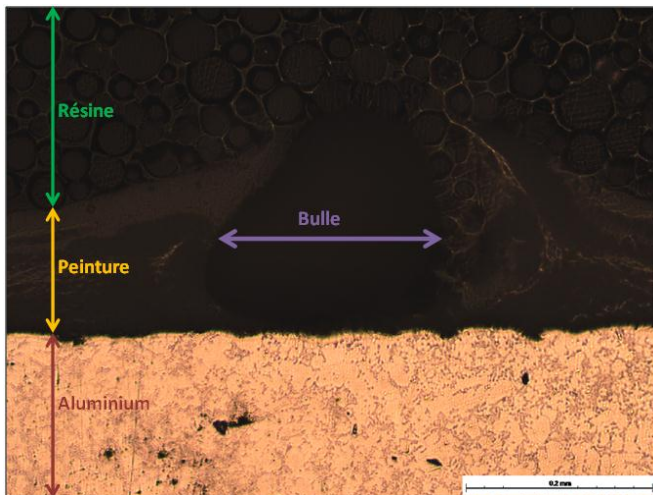
### Peinture normale (ne présentant pas de composant à effet anti-bulle)

Le revêtement est composé des mêmes charges minérales que précédemment, c'est-à-dire soit de l'alumine, du sulfate de baryum et de la silice. [IMAGE 11]

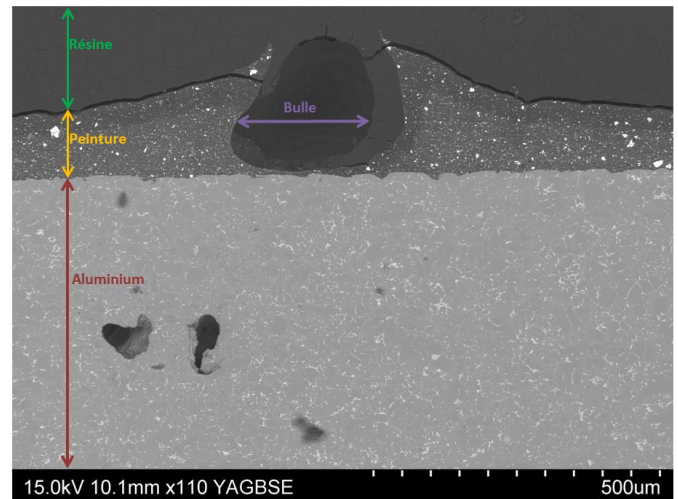


[IMAGE 11] Zoom sur la peinture utilisée par COLIBRU

Des bulles sont présentes au niveau de la peinture et forment une ouverture au niveau de la résine [IMAGE 12.1]. La matrice présente quelques trous allant jusqu'à 0.5mm de longueur mais ne sont pas situés exactement en dessous de la bulle. De plus, l'apparition de la bulle au niveau de la surface apparaissait avec et sans la présence de trous dans la matrice, il n'est alors pas possible de faire un lien entre la présence de trou dans la matrice et la présence de bulle à la surface. [IMAGE 12.2].

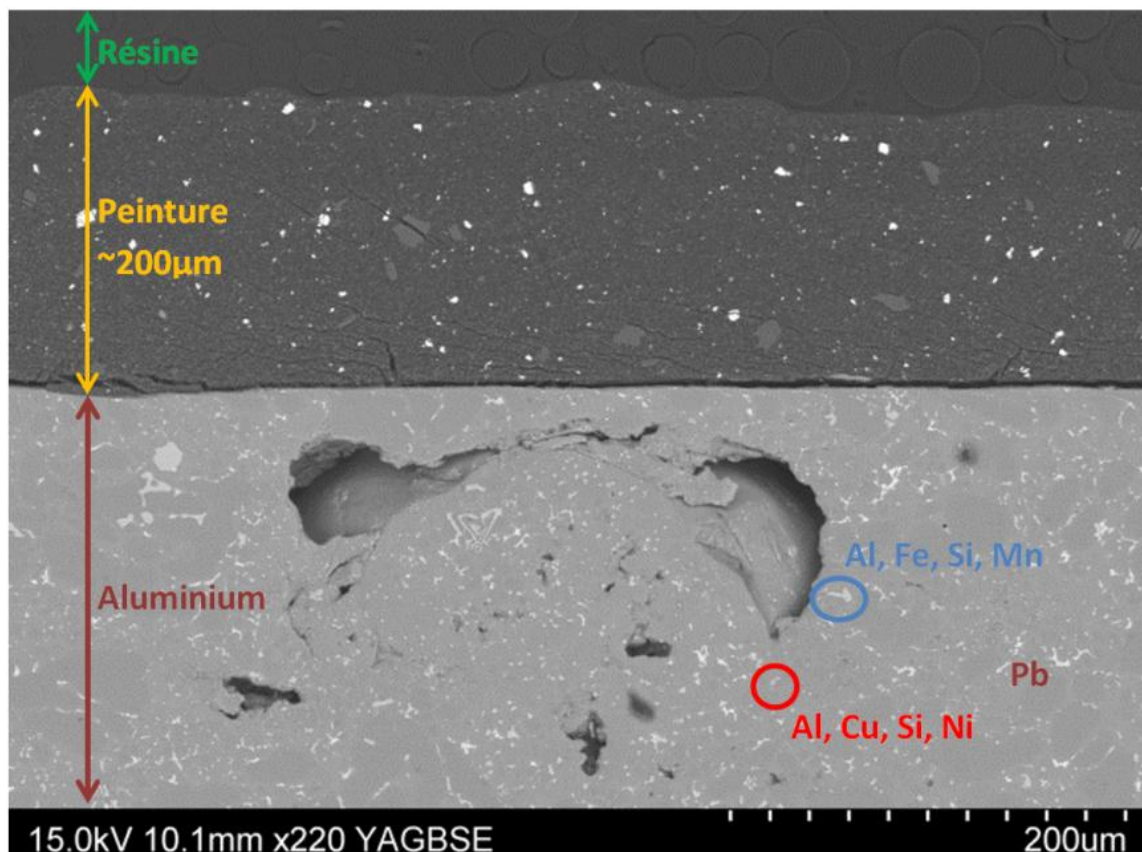


[IMAGE 12.1] vue en coupe, microscope optique, peinture classique



[IMAGE 12.2] Vue en coupe, MEB, peinture normale

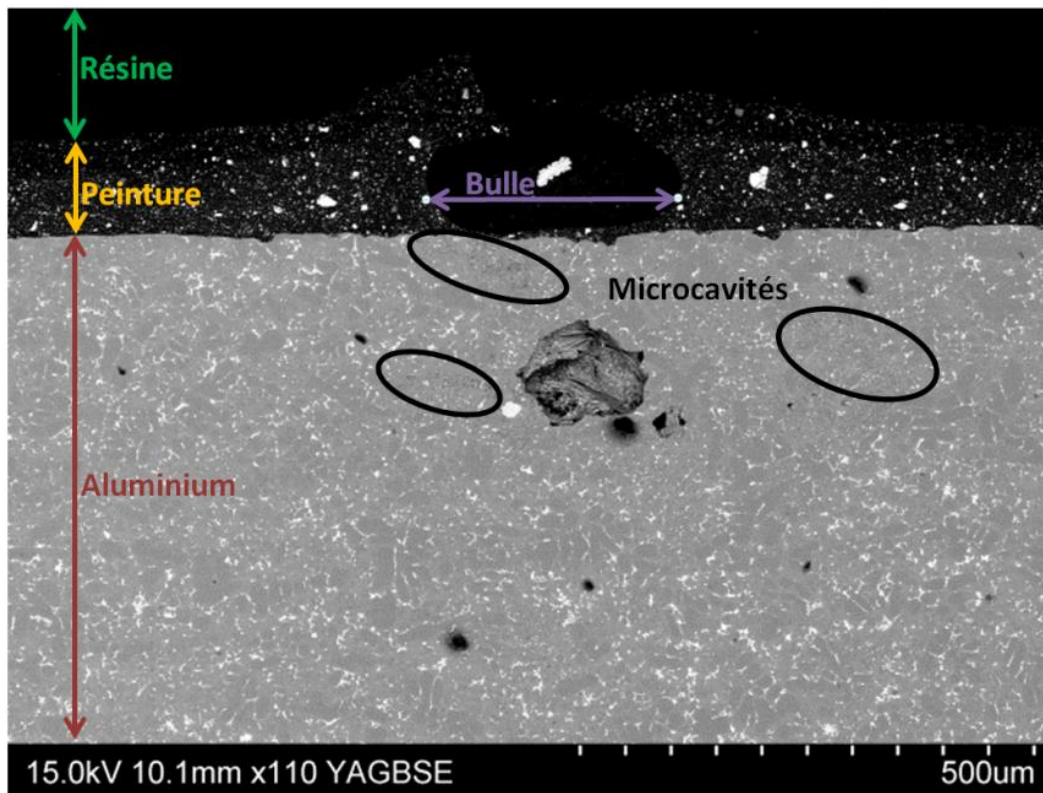
L'[IMAGE 13] montre que la présence de trous au sein de la matrice n'induit pas la présence de bulle systématique au-dessus de ceux-ci. De plus il est systématiquement observé que la bulle est séparée de la matrice par une fine couche de peinture, et non directement à son contact.



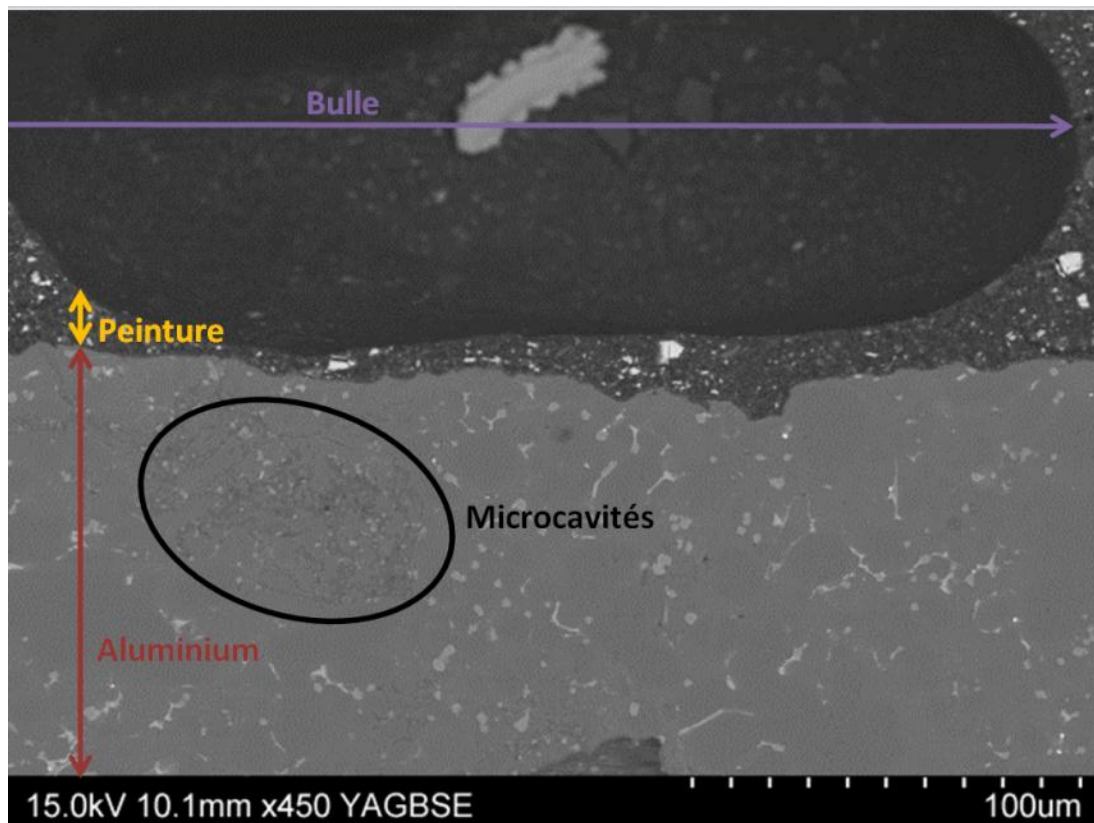
[IMAGE 13] Peinture normale



Enfin, l'augmentation de contraste des images contenant les défauts de bullages permet de détecter la présence de microcavités très difficiles à observer dans la matrice. [IMAGES 14 et 15] Cependant ces microcavités sont également présentes à d'autres endroits de la matrice où il n'y avait pas de défaut de bullage.



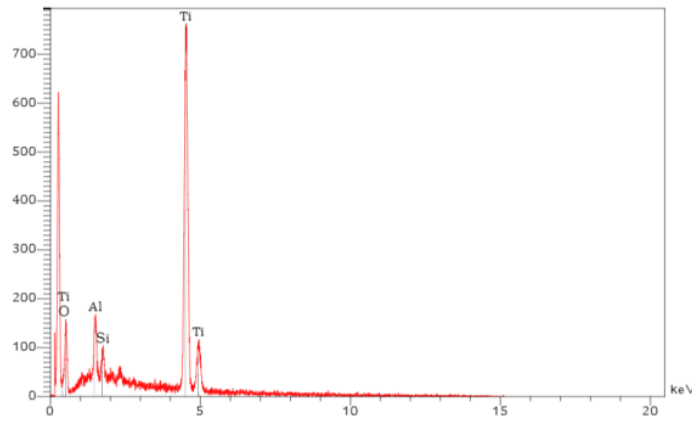
[IMAGE 14] Peinture normale, présence de microcavités



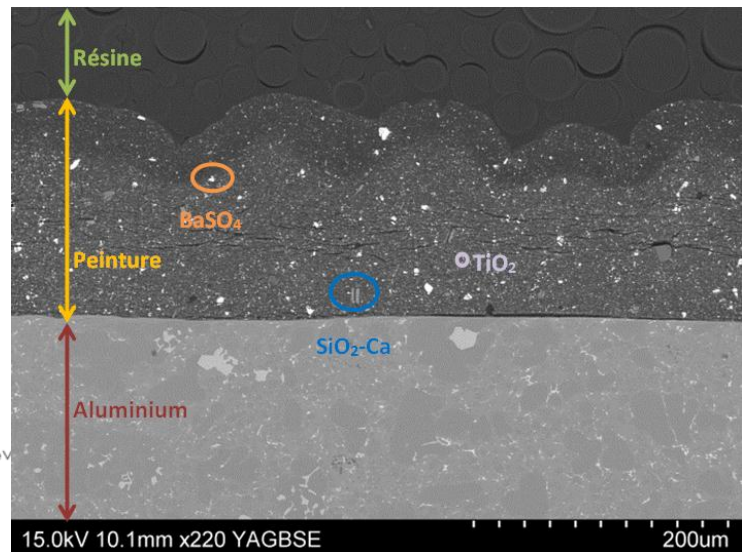
[IMAGE 15] Peinture normale, présence de microcavités

## Peinture anti-bulle

Les deux peintures utilisées sont composées de précipités de  $\text{TiO}_2$ . L'oxyde de Titane est un pigment minéral qui donne une couleur blanche à la peinture.

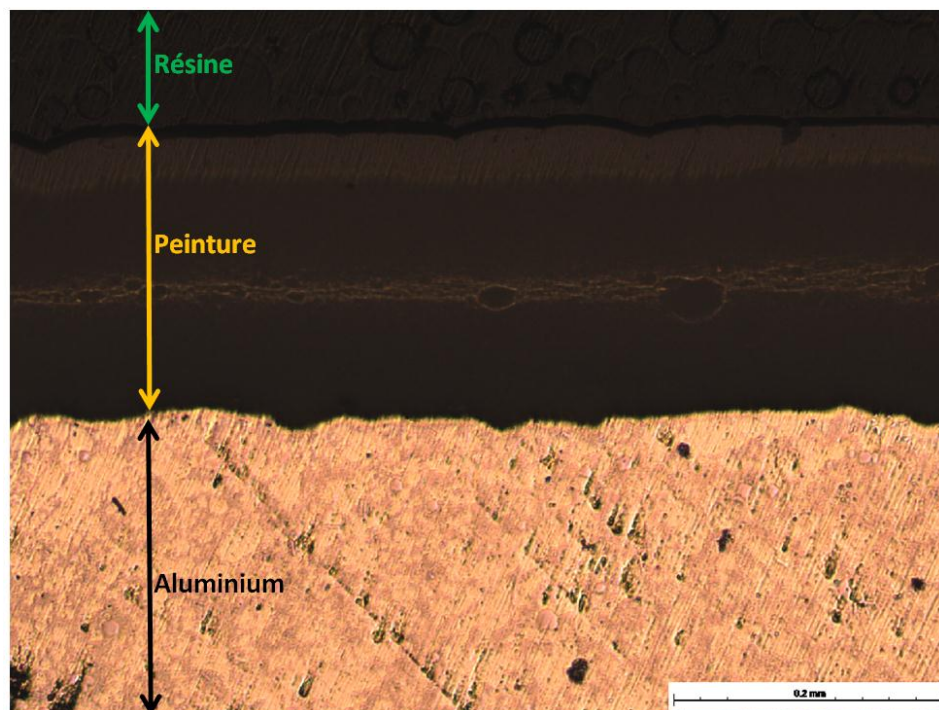


Graphique 4 : Analyse chimique montrant la présence de  $\text{TiO}_2$  dans la peinture



[IMAGE 16] Composition de la peinture anti-bulle

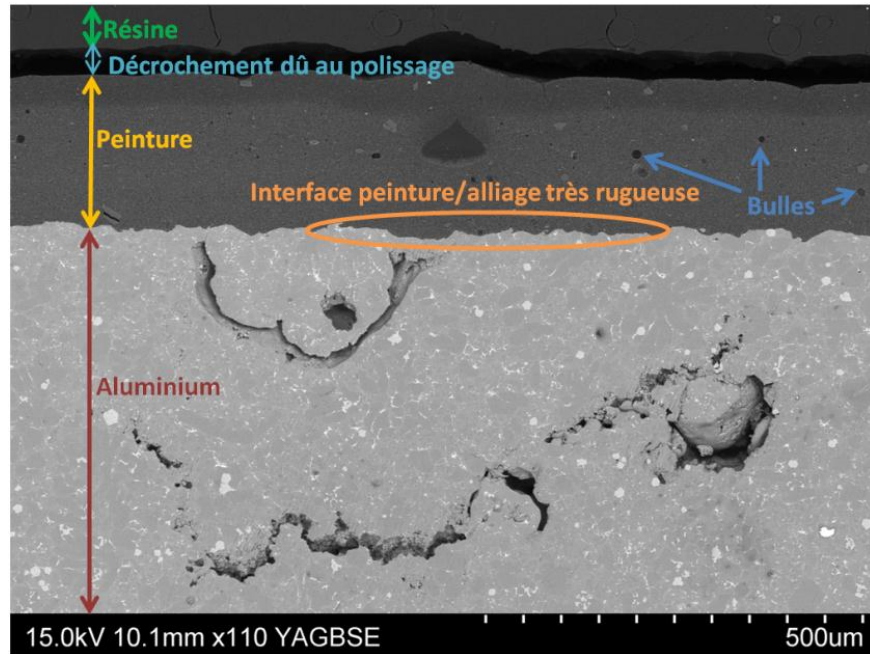
Les deux échantillons ne présentent aucune bulle en surface. Cependant, des bulles sont présentes dans la peinture. [IMAGE 16]



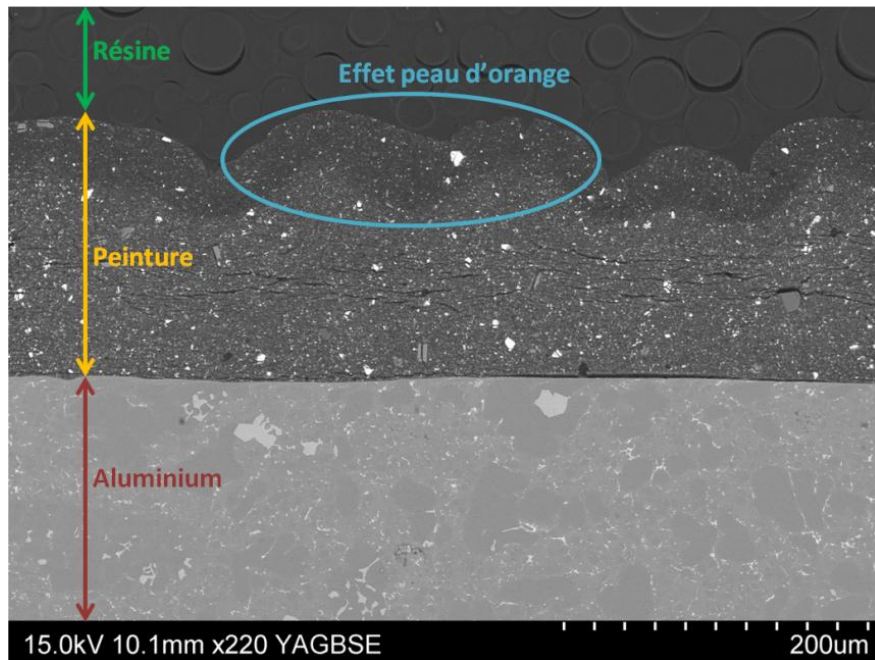
[IMAGE 17] Vue en coupe au microscope optique, peinture anti-bulle



Ces peintures anti-dégazante ont donc l'avantage d'empêcher la formation de bulles, ou du moins de les empêcher d'atteindre la surface comme l'image suivante le montre [IMAGE 18]. La peinture « Tiger Blanc Nature » [IMAGE 18] rend l'interface rugueuse en comparaison avec la peinture Azko n°4 [IMAGE 19]. Il faut bien noter que les échantillons ont suivi le même traitement et que seule la peinture change dans cette étude.



[IMAGE 18] Peinture anti-bulle 1



[IMAGE 19] Peinture anti-bulle 2, effet peau d'orange

Les deux peintures se différencient par la nature des charges minérales. La peinture « Tiger Blanc Nature » est particulière par la composition de ses charges minérales et de précipités de  $\text{BaSO}_4$  donnant une peinture avec effet peau d'orange [IMAGE 19].

Quant à la peinture Azko n°4, les précipités sont plus fins et sont répartis de façon homogène. Seuls les précipités d'alumine ont une taille plus importante. De plus, la peinture présente également des fines particules de  $\text{SiO}_2$  et de  $\text{TiO}_2$ . Sur l'ensemble de l'échantillon, elle se craquelle plus facilement après sollicitation mécanique et elle a aussi des décrochements entre la peinture et le substrat à certains endroits. [IMAGE 18]

## VI. Conclusion

Les caractérisations effectuées au cours de l'année ont permis de voir quel était l'impact de chaque partie du procédé de mise en peinture sur le phénomène de bullage, mais également d'observer les potentielles origines de ce phénomène. Les visites des locaux de différentes entreprises nous ont permis de visualiser et de nous rendre compte de l'importance d'une ligne d'application de peinture en poudre. La chaîne comprend une étape de traitement de la surface avant le poudrage qui est indéniablement non négligeable. Ensuite vient une étape d'étuvage et nous avons pu voir sur les différents échantillons l'importance de l'étape d'étuvage. En effet, elle permet une adhésion de la peinture sur le substrat très lisse et donc permet d'éviter l'emprisonnement de gaz lors de l'application de la peinture. Lors de ces différentes visites, nous avons pu observer diverses techniques et les supports sur lesquels il ne se produisait pas de dégazage. Par exemple, chez CETAL, les profilés aluminium ne présentent pas de bullage. Cependant nous avons pu voir par la suite que la géométrie de la pièce avait également un impact fort sur l'apparition du phénomène de bullage et que les pièces profilées étaient moins sensibles à ce phénomène. CETAL nous a même fourni des échantillons qui n'ont subi aucun étuvage et ne présentant pourtant aucun problème de bullage externe. Cependant, l'observation au MEB des échantillons a permis de mettre en évidence que l'étuvage permet d'évacuer le gaz piégé à l'intérieur du revêtement et donc de limiter l'apparition du bullage.

Finalement, si l'on donnait suite à notre projet l'année suivante, il serait intéressant de pouvoir étudier les peintures poudres ainsi que leurs compositions. Nous avons en particulier eu l'occasion en début d'année de parler avec Monsieur Barbosa. Nous avons pensé que le prochain groupe pourrait éventuellement visiter l'entreprise Protech Oxyplast, et étudier cette fois-ci l'impact de la composition des peintures poudres sur le bullage. En effet, ils pourraient ainsi s'immiscer au cœur de la recherche et essayer de comprendre suivant les différents facteurs modifiés, des solutions au bullage. Ayant déjà des données sur l'impact du substrat sur le phénomène de bullage, le problème serait traité dans sa globalité.

## VII. Gestion de projet

Au début de l'année, le projet paraissait difficile puisque nous ne présentions aucune connaissance propre en rapport avec le sujet. En effet, aucun des membres du projet n'avait de spécialisation dans le domaine de l'application des peintures en poudre. Néanmoins, nous avons très vite cerné l'intitulé de la problématique grâce au travail effectué par nos collègues de l'année dernière. La répartition des différentes tâches s'est faite au fil des premières séances et s'est organisée autour de grands axes qui évolué au fil de notre projet. En début d'année, il fallait prendre connaissance du sujet dans sa globalité et bien cerner le problème. Grâce aux remarques de nos tuteurs industriels et de l'école, nous sommes arrivés à recentrer l'objectif principal.

Une fois l'objectif principal cerné, nous avons réalisé un premier diagramme de Gantt afin de répartir dans le temps les différentes tâches à effectuer durant le projet :

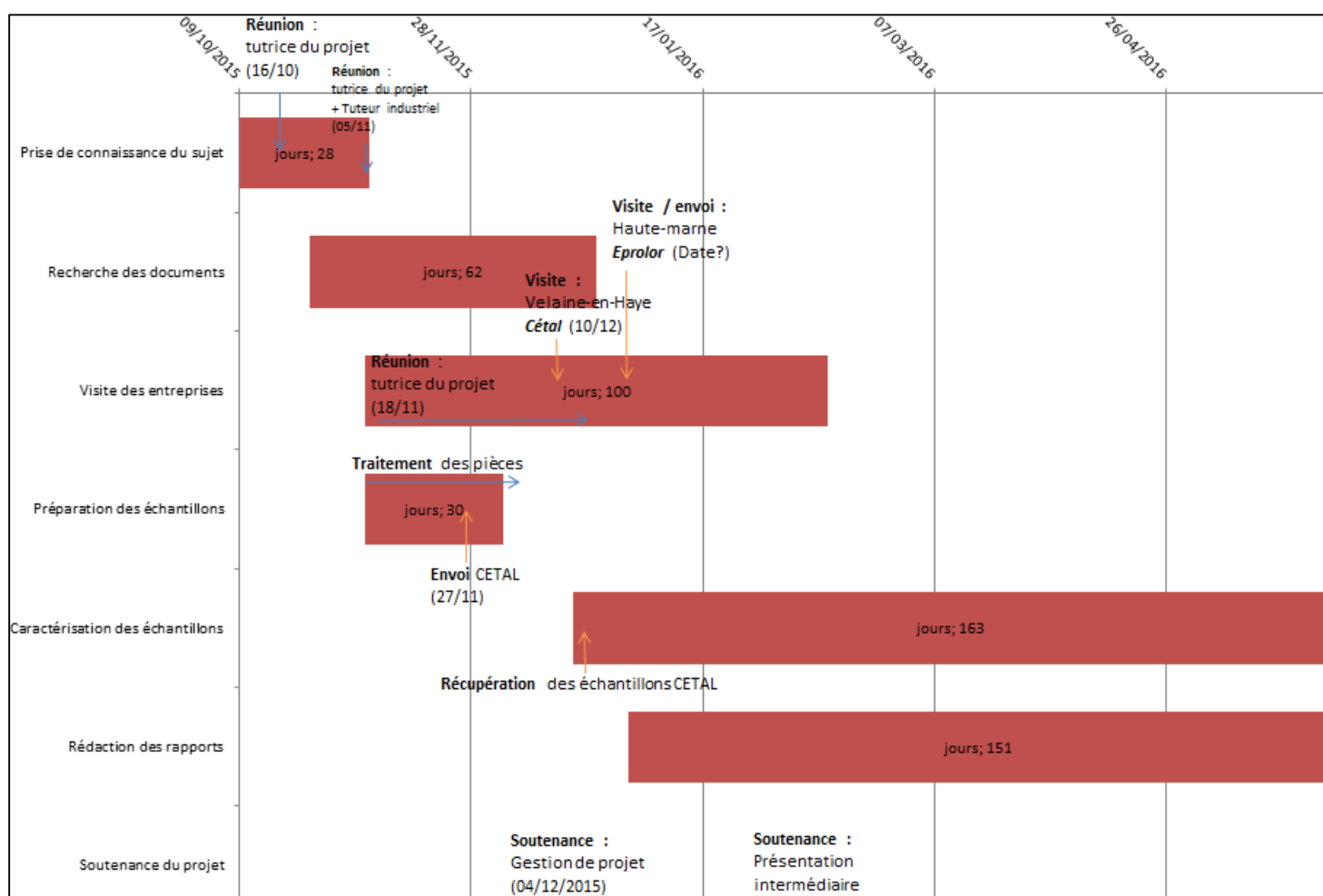


Figure 8 : Diagramme de Gantt en octobre

Il fallait alors à ce moment prendre contact avec les entreprises. Une personne était responsable de la gestion de la communication dans le projet. En dehors, il fallait définir précisément ce que l'on souhaitait de cet échange. Il fallait trouver des solutions moins consommatrices de temps et d'énergie et plus respectueuses envers l'environnement pour la mise en peinture. Le groupe a donc recadré rapidement la problématique centrée sur l'étape d'étuvage. Au cours du premier quarter, chacun des membres du groupe effectuait son travail : gestion de relation avec les industriels,

recherches bibliographiques, préparation d'échantillons. Le partage des documents pertinents trouvés sur une plateforme du web (dropbox et facebook) et des réunions hebdomadaires permettaient de faire des points réguliers sur l'avancement du projet et d'échanger sur les éventuels problèmes rencontrés. Nous avons durant le projet effectué finalement peu de recherche bibliographique car la majeure partie de notre temps nous faisions du traitement de nos échantillons, des visites d'entreprises et de la caractérisation au Microscope Electronique à Balayage. Cependant, nous avons pu rassembler un minimum d'informations nécessaires à la compréhension du sujet et à son étendue. Les recherches bibliographiques ont été plus ou moins utiles, la majeure partie des informations nécessaires pour le projet étaient dans le projet de l'année dernière. Les recherches bibliographiques étaient séparées en plusieurs grands domaines : la recherche sur les traitements thermiques, les traitements de surface, les techniques de caractérisation et sur l'aluminium.

Ensuite, les visites d'entreprises ont permis d'observer le fonctionnement d'une ligne de production et d'application de la peinture poudre ainsi que de nous apporter des informations essentiels vis-à-vis du phénomène de bullage. A partir des trois visites effectuées nous avons pu comparer les différentes étapes du procédé dans chacune des entreprises. Aussi, nous avons au préalable préparé nos visites en établissant quelques questions ainsi qu'une liste d'échantillons dans l'éventualité que nous puissions en avoir et ainsi, les rendre plus bénéfiques.

Finalement, vis-à-vis du diagramme de Gantt que nous avons fixé, quelques imprévus ont légèrement changé celui-ci. Nous avons eu la chance de pouvoir visiter la fonderie de la Brûche en Alsace le 28 février et obtenir de nouveaux échantillons à caractériser. Cependant, la visite de l'entreprise EPROLOR n'a pu se faire que tardivement dans l'année et le passage des échantillons sur leurs lignes de production n'a pas pu se faire.

Malheureusement, nous avons pu mener notre projet à terme et atteindre partiellement les objectifs que l'on s'était fixé en début de projet : à savoir la caractérisation d'échantillon à différentes étapes de procédé. Nous ne sommes pas parvenus à trouver une solution à la problématique sous forme d'un organigramme traitant tous les cas possibles mais à donner quelques éléments permettant d'observer et de comprendre le phénomène de bullage. L'organisation et la concrétisation en fin de projet avec les diverses expériences est un point qu'il aurait fallu améliorer en respectant les délais de visites d'entreprises et en communiquant davantage pour être en adéquation avec nos partenaires.

Néanmoins, nous avons malgré tout essayé d'établir des solutions à ce problème de bullage en jouant sur plusieurs facteurs intervenant dans le processus de peinture. Finalement, les nombreux problèmes et défis auxquels nous avons fait face ont été surmontés dans la plupart des cas grâce à notre fort esprit d'équipe et notre bonne dynamique de groupe. Globalement, nous sommes un peu frustrés de ne pas avoir pu réaliser toutes les étapes initialement prévues dans ce projet ; cependant, nous sommes satisfaits du savoir que nous avons pu acquérir au cours de ce projet.

## Répertoire des figures et tableaux

<b>Pages</b>	<b>Figures</b>	<b>Légendes</b>
<b>8</b>	<b>1</b>	Procédé de mise en peinture
<b>9</b>	<b>2</b>	Phénomène de bullage
<b>10</b>	<b>3</b>	Effet du bain de dégraissage sur les huiles
<b>11</b>	<b>4</b>	Exemple de produit de décapage
<b>12</b>	<b>5</b>	Logo de la société Europoudrage
<b>12</b>	<b>6</b>	Equipement de mise en peinture poudre de l'entreprise GEMA
<b>21</b>	<b>7</b>	Echantillon mis en résine
<b>35</b>	<b>8</b>	Diagramme de Gantt en octobre

<b>Pages</b>	<b>Tableaux</b>	<b>Légendes</b>
<b>15</b>	<b>1</b>	Différents types d'alliages d'aluminium corroyés
<b>16</b>	<b>2</b>	Différents types d'alliages d'aluminium de fonderie
<b>17-18</b>	<b>3</b>	Traitement de surface chimique effectué par l'entreprise CETAL
<b>20</b>	<b>4</b>	Données sur les pièces fournies par la filiale COLIBRU de la fonderie de la Brûche
<b>22</b>	<b>5</b>	Récapitulatif des échantillons de la série 500 caractérisés
<b>23</b>	<b>6</b>	Analyse quantitative de la composition des phases intermétalliques

<b>Pages</b>	<b>Images</b>	<b>Légendes</b>
<b>23</b>	<b>1</b>	Echantillon d'aluminium 1, témoin
<b>24</b>	<b>2</b>	Dépôt du traitement de surface l'échantillon 2 (traité + étuvé)
<b>24</b>	<b>3.1</b>	Image de l'échantillon 2 (traitement + étuvage)
<b>24</b>	<b>3.2</b>	Cliché identique à très faible tension
<b>25</b>	<b>4</b>	Traitement de surface sur la matrice, amas de matière
<b>26</b>	<b>5</b>	Echantillon 3 ayant subi un traitement de surface adapté aux aciers
<b>26</b>	<b>6</b>	Vue d'ensemble de l'échantillon
<b>27</b>	<b>7</b>	Analyse de la peinture utilisée par CETAL
<b>28</b>	<b>8</b>	Aluminium traité en surface, étuvé et laqué (échantillon 4)
<b>28</b>	<b>9</b>	Aluminium traité en surface et laqué sans étuvage (échantillon 5)
<b>29</b>	<b>10</b>	Aluminium traité en surface et laqué sans étuvage au préalable (échantillon 5)
<b>29</b>	<b>11</b>	Zoom sur la peinture utilisée par COLIBRU
<b>30</b>	<b>12.1</b>	Vue en coupe, microscope optique, peinture classique
<b>30</b>	<b>12.2</b>	Vue en coupe, MEB, peinture normale
<b>30</b>	<b>13</b>	Peinture normale
<b>31</b>	<b>14</b>	Peinture normale, présence de microcavités
<b>31</b>	<b>15</b>	Peinture normale, présence de microcavités
<b>32</b>	<b>16</b>	Composition de la peinture anti-bulle
<b>32</b>	<b>17</b>	Vue en coupe au microscope optique, peinture anti-bulle
<b>33</b>	<b>18</b>	Peinture anti-bulle 1
<b>33</b>	<b>19</b>	Peinture anti-bulle 2, effet peau d'orange

<b>Pages</b>	<b>Graphique</b>	<b>Légendes</b>
<b>23</b>	<b>1</b>	Analyse de la matrice, échantillon témoin
<b>23</b>	<b>2</b>	Analyse d'une phase intermétallique de l'échantillon témoin
<b>25</b>	<b>3</b>	Analyse de la composition de la phase intermétallique entourée en orange après traitement de surface
<b>32</b>	<b>4</b>	Analyse chimique montrant la présence de TiO <sub>2</sub> dans la peinture